



ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS INDUSTRIALES Y DE TELECOMUNICACIÓN

Titulación:

INGENIERO DE TELECOMUNICACIÓN

Título del proyecto:

CAMINO DE LA RESONANCIA DE PLASMÓN
SUPERFICIAL EN FIBRA ÓPTICA PULIDA
LATERALMENTE

Carlos Goñi Olóriz

Joaquín Sevilla Moróder

Pamplona, 2 de julio de 2010

Índice

1 Introducción	4
2 Objetivos	6
3 Trabajo realizado	8
3.1 Estudio teórico	8
3.1.1 ¿Qué es el Campo Evanescente? ¿Cómo acceder hasta él en fibra óptica?	8
3.1.2 ¿Qué es la resonancia de plasmón superficial?	12
3.1.3 ¿Cómo realizar sensores de SPR mediante fibra óptica?	22
3.2 Diseño real	24
3.2.1 Fibra óptica para SPR	24
3.2.2 Elección del metal a depositar	30
3.2.3 Utilidad de los sensores de SPR	35
3.3 Tareas desarrolladas hacia el diseño	42
3.3.1 Búsqueda de suministradores	42
3.3.2 Pulido de la fibra óptica	44
3.3.3 Caracterización de la fibra óptica pulida	58
4 Conclusiones	66
5 Bibliografía	67
Anexo I	69
Anexo II	73

1 Introducción

En la actualidad existen varias formas de detectar y cuantificar moléculas orgánicas, entre las que podemos destacar la utilización de sensores químicos que son muy costosos tanto en tiempo como en dinero, y también los biosensores, instrumentos analíticos que transforman procesos biológicos en señales eléctricas u ópticas y permiten su cuantificación.

Los biosensores o sensores basados en materiales biológicos, son utilizados en la actualidad en una amplia variedad de disciplinas, incluyendo la industria alimenticia, la medicina, y la ciencia ambiental. A medida que progresa el desarrollo de biosensores, se hace más importante tener una comprensión de los diversos tipos existentes, los principios detrás de ellos, así como sus ventajas y limitaciones.

El campo de los biosensores es muy amplio y abarca una cantidad muy grande de dispositivos. Se pueden diferenciar entre biosensores electroquímicos, termométricos, piezoeléctricos y optoelectrónicos.

Los biosensores electroquímicos transforman la señal que se produce por la interacción entre el sistema de reconocimiento y el analito a detectar en una señal eléctrica. Se diferencian cuatro tipos, en función de si detectan cambios en la conductividad, en el potencial, en una corriente generada o en la impedancia. Los biosensores termométricos se basan en la detección del calor generado en las reacciones enzimáticas exotérmicas, que se pueden relacionar con la concentración del analito. Los biosensores piezoeléctricos miden cambios directos de masa inducidos por la formación del complejo antígeno-anticuerpo. [1]

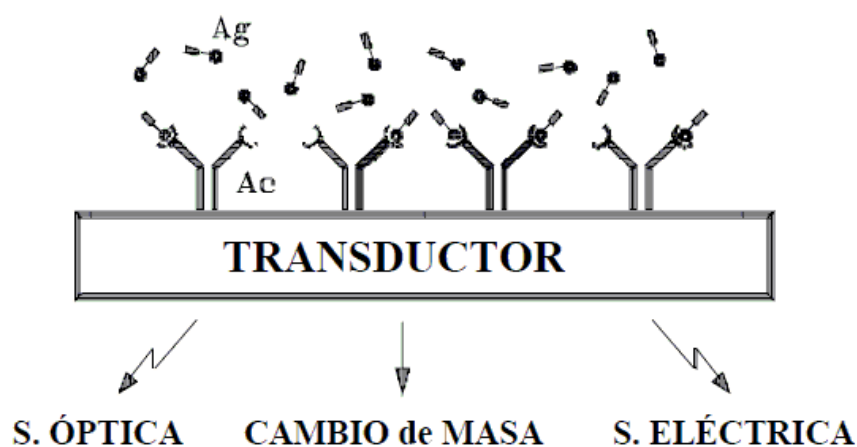


Figura 1. Esquema básico de los biosensores. [2]

En el caso de los biosensores optoelectrónicos, al utilizar fibra óptica en las mediciones, conseguimos flexibilidad en el diseño, permitiendo medidas a distancia, incluso en medios confinados o peligrosos, evitando interferencias por fuentes externas.

Un tipo concreto de estos sensores son los que se basan en la resonancia de plasmón superficial (SPR). Este dispositivo detecta cambios mínimos en el índice de refracción de la superficie de detección y de su vecindad inmediata. Esta detección altamente sensible se basa en una excitación colectiva de los electrones (plasmones superficiales) en una película metálica sobre un sustrato, conduciendo a la absorción total de la luz en un ángulo particular de incidencia, el cual es dependiente de los índices de refracción de cualquiera de los lados de la capa metálica.

Este tipo de sensores basan su funcionamiento en dos características de la luz. Primero, la luz que se propaga sobre un medio e incide sobre otro de menor índice de refracción no se refleja totalmente (como suele explicarse en los cursos de nivel básico de Óptica) sino que parte de la potencia pasa al medio de menor índice, propagándose de manera paralela a la superficie de unión entre ambos medios. Dicha propagación es extremadamente corta debido a un decaimiento exponencial de la potencia, este fenómeno es conocido como onda evanescente. Segundo, si se coloca una lámina metálica sobre uno de los medios, el campo evanescente creado excita los electrones libres del metal haciendo que entren en resonancia (plasmones superficiales). Esta resonancia es dependiente del índice de refracción del medio adyacente, y la variación de la cantidad de moléculas orgánicas a detectar produce un cambio en este índice, y por tanto, en la resonancia de los plasmones superficiales.

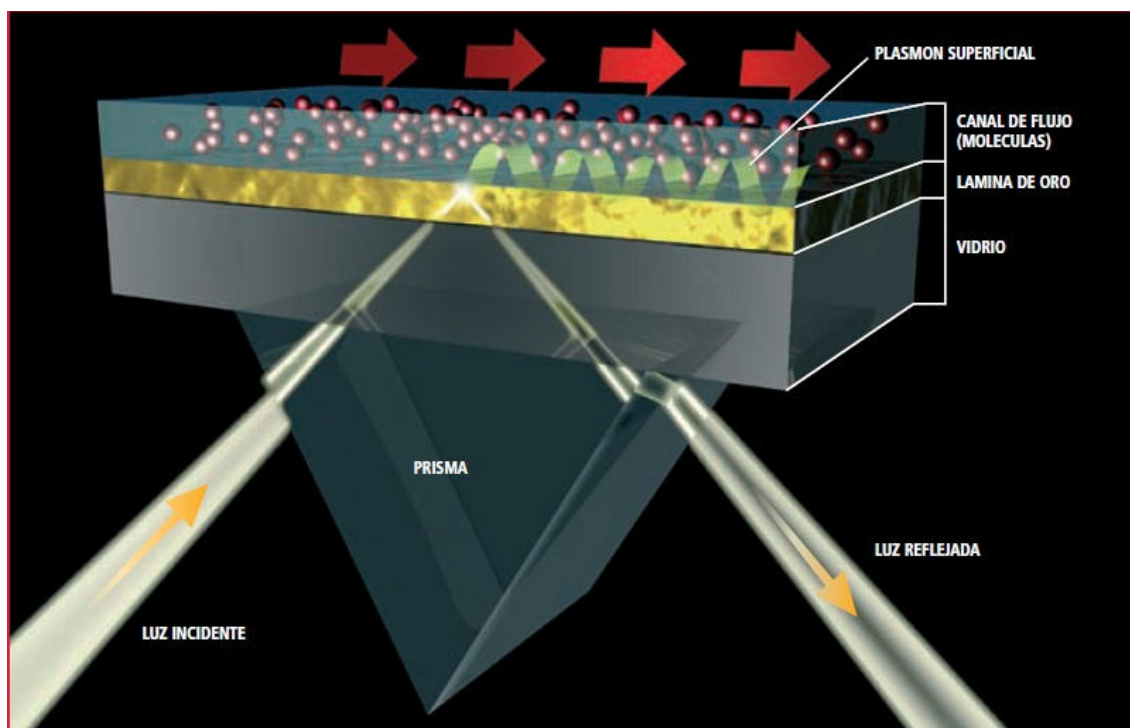


Figura 2. Representación de la resonancia de plasmón superficial SPR. [3]

El biosensor óptico basado en la técnica de SPR ha ganado interés gracias a su velocidad de detección, alta especificidad, alta sensibilidad y posibilidad de análisis en tiempo real.

2 Objetivos

La mayoría de los sensores basados en la resonancia de plasmón superficial hacen uso de la configuración de Kretschmann. Este esquema se compone de un prisma de vidrio sobre el que se le deposita una lámina metálica, donde se anclan los anticuerpos con los que se detectan los componentes orgánicos o antígenos deseados. Tras ello se hace incidir un rayo de luz, y según la variación del ángulo de salida de este haz se puede cuantificar la cantidad del componente presente.

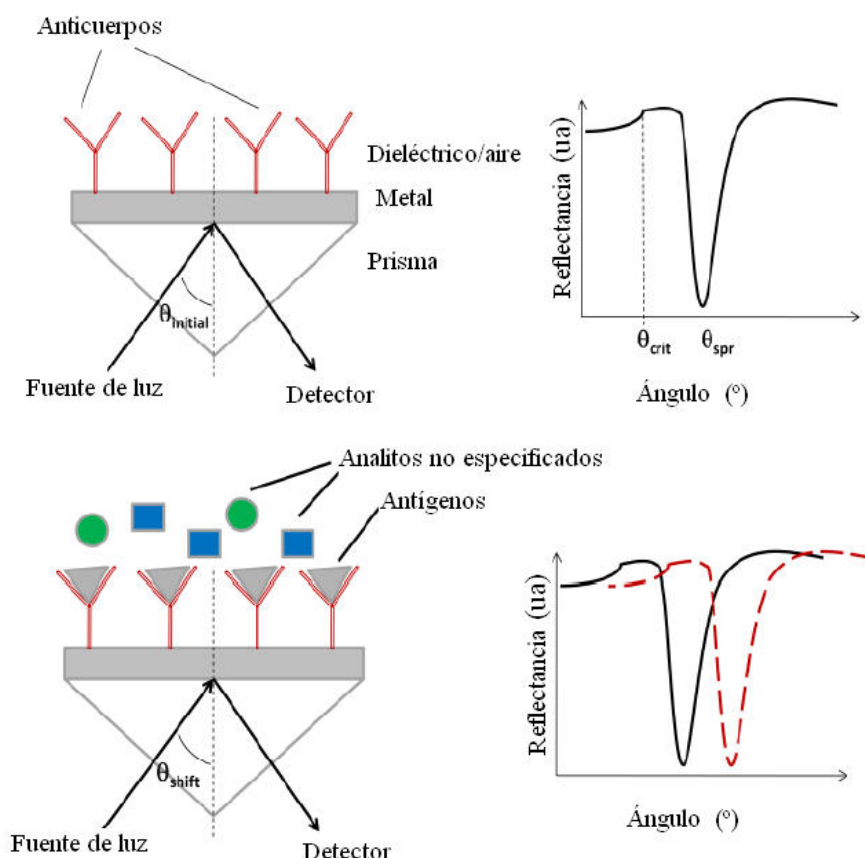


Figura 3. Configuración de Kretschmann y reflectancia de SPR. [4]

El objetivo de este proyecto es conseguir este mismo efecto en otro medio en el que no sea necesario comprobar el ángulo de salida, pues las variaciones de éste son mínimas. Un dispositivo en el que se produce reflexión total interna (TIR) es la fibra óptica, y con ella se intenta contribuir a los sensores de SPR mediante el mismo esquema sólo que sustituyendo el prisma por fibra óptica pulida lateralmente, de manera que la lámina metálica depositada sobre ella esté en contacto con el campo evanescente que pasa a la cubierta, pudiéndose producir así la excitación de los plasmones. De esta

forma, la cuantificación de las moléculas vendrá dada por una variación en la potencia de salida.

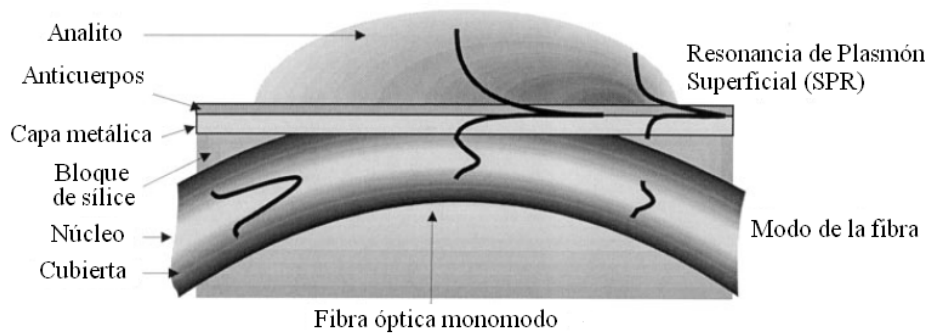


Figura 4. Sensor de SPR con fibra óptica pulida lateralmente. [5]

Se realizará un estudio de los fenómenos físicos asociados a la obtención de la resonancia del plasmón superficial, diseñando de esta forma el sensor idóneo, mediante la elección del tipo de metal y su espesor, así como las longitudes de onda a utilizar y los dispositivos necesarios.

Habrà que obtener fibra óptica pulida lateralmente, si es posible a través de canales comerciales. Si no es posible adquirir este tipo de fibra, será necesario diseñar un proceso de fabricación para manufacturar nuestras propias fibras pulidas lateralmente comprobando la factibilidad de dicho proceso.

3 Trabajo realizado

3.1 Estudio teórico

Este estudio está basado en una serie de trabajos que desarrollan los siguientes temas en profundidad, por ello a lo largo de lo que resta de sección se llevará a cabo un resumen del contenido de dichos trabajos.

3.1.1 ¿Qué es el campo evanescente? ¿cómo acceder hasta él en fibra óptica?

La luz que va de un medio más denso a otro menos denso, puede ser transmitida (refractada) o reflejada. Esto depende del ángulo de incidencia θ_i respecto del ángulo crítico θ_c , el cual está determinado por la relación de los índices de refracción de la Ley de Snell ($\sin(\theta_c) = n_2/n_1$):

a) $\theta_i < \theta_c$ Parte de la luz será transmitida al nuevo medio y el resto se verá reflejada.

b) $\theta_i > \theta_c$ Se producirá reflexión total interna (TIR), donde la onda incidente se reflejará por completo. En esta situación se produce el fenómeno de la Onda Evanescente, donde parte de la luz se propaga de manera exponencial en la unión de los dos medios.

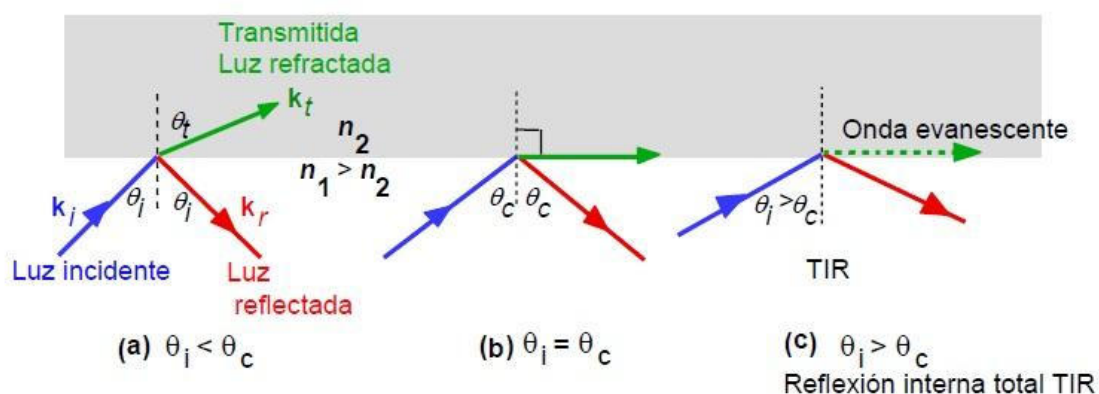


Figura 5. Reflexión interna total y campo evanescente. [6]

Este fenómeno se puede explicar mediante la teoría electromagnética, observando la distribución de los modos de propagación de una guía de onda, como en el caso de la fibra óptica. [6]

→ Campo evanescente en fibra óptica:

La existencia de campo evanescente es una de las cosas que más sorprende cuando se empieza a estudiar temas relacionados con transmisión por fibra óptica.

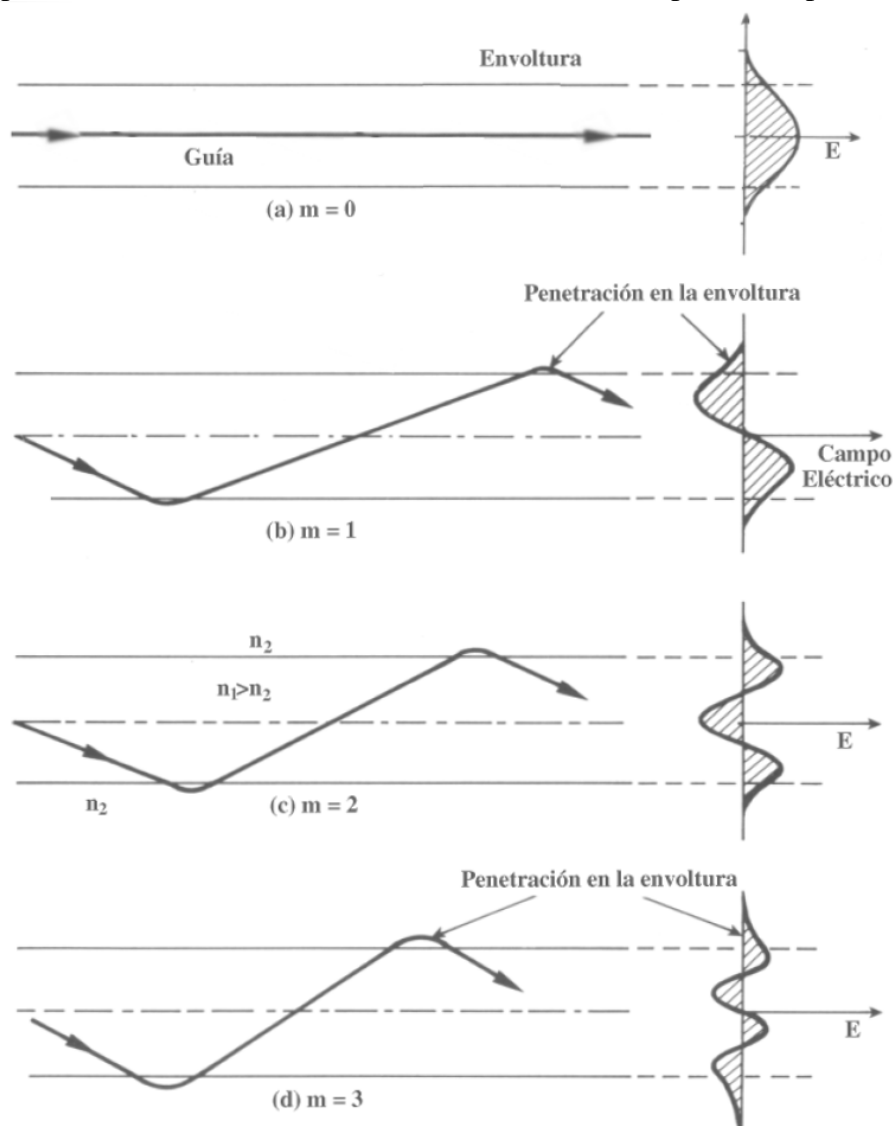


Figura 6. Los primeros modos de transmisión en una fibra óptica. [8]

Como se puede ver en la Figura 6 la onda estacionaria que se genera en cada uno de los modos no está totalmente confinada en el núcleo de la fibra, a pesar de que cuando se estudia la transmisión desde el punto de vista geométrico se dice que por debajo del ángulo crítico la reflexión es total. Hay una parte del campo para cada modo que está situado en la envoltura de la fibra, este campo tiene la misma forma funcional en todos los modos, es un campo exponencialmente decreciente.

El campo evanescente tiene una justificación matemática [7] que vamos a saltarnos, puesto que es demasiado compleja y no es necesaria para los objetivos de este proyecto, pero sí podemos intentar entender otro tipo de justificación. Nosotros ya sabemos que cuando una onda, que se desplaza en un medio con un índice de refracción,

se encuentra con otro medio de índice de refracción menor siendo el ángulo de incidencia mayor o igual que el crítico se produce reflexión total. Esto no impide que haya un determinado campo distinto de cero en la intercara. Las leyes del electromagnetismo impiden las discontinuidades de campo, por tanto el campo no puede ser cero al otro lado de la intercara, pero tampoco puede transmitirse. La única solución que queda es que el campo se atenúe en el segundo medio y como la función de onda tiene una forma exponencial el exponente que antes era un número complejo ahora deberá ser un número negativo.

La existencia de este campo evanescente implica que ya no sólo es el núcleo de la fibra el que transmite la señal sino que también lo hace el revestimiento [8].

El campo evanescente en la fibra óptica depende del número de modos que se transmiten así como de la frecuencia de transmisión de la luz. Dicho campo evanescente es mayor cuanto menos guiado está el modo. Los modos están fuertemente guiados si la constante de propagación V está muy próxima a la del núcleo y si existen diferencias de índices muy elevados. En el caso de las fibras multimodo, cada modo, como hemos visto en la imagen anterior, tiene su propio campo evanescente, siendo en los modos más altos donde la potencia que sale fuera del núcleo es mayor.

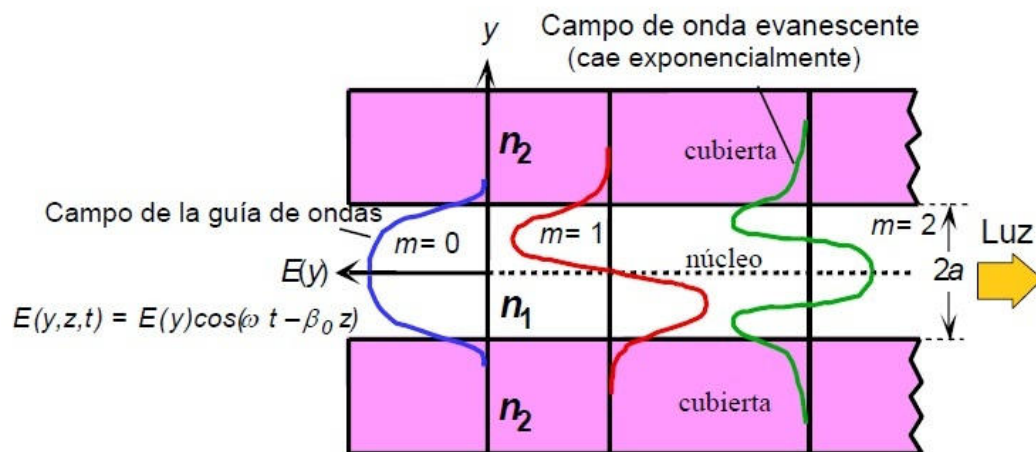


Figura 7. Penetración de los modos en fibras multimodo. [6]

En el caso de las fibras monomodo, la penetración del modo fundamental LP₀₁ en el revestimiento depende de la frecuencia con la que trabajemos, estando el modo más confinado en el núcleo cuando más cerca estemos de la frecuencia de corte del modo fundamental, que en términos de frecuencia normalizada será 2.405, ensanchándose este modo (con el correspondiente aumento de la penetración en el revestimiento) cuando se disminuye la frecuencia (aumenta la longitud de onda) y nos alejamos de la frecuencia de corte.

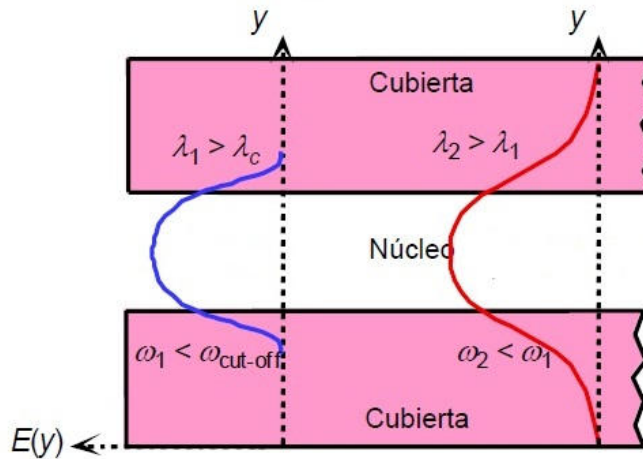


Figura 8. Variación de la penetración del modo fundamental en fibra óptica monomodo según la frecuencia.

La intensidad del campo evanescente, $I(z)$, decae exponencialmente con distancia perpendicular z desde la interfase.

$$I(z) = I_0 e^{-z/d}$$

donde d es la profundidad de penetración para ángulos de incidencia $\theta > \theta_c$, la longitud de onda de la luz λ_0 y n_1 y n_2 los índices de refracción del núcleo y revestimiento:

$$d = (\lambda_0 / 4\pi) (n_1^2 \sin^2 \theta - n_2^2)$$

d es independiente de la polarización de la luz incidente pero depende de la longitud de onda. La intensidad del campo evanescente en $z=0$, I_0 , depende tanto de θ como de la polarización del haz. Cuando el haz es polarizado paralelamente al plano de la interfase, I_0 es dado por I_0^{\parallel} :

$$I_0^{\parallel} = I^{\parallel} [4 \cos^2 \theta (2 \sin^2 \theta - n^2)] / (n^4 \cos \theta + \sin^2 \theta - n^2)$$

Cuando el haz es polarizado perpendicularmente al plano de la interfase, la intensidad del campo en $z=0$ es igual a:

$$I_0^{\perp} = I^{\perp} (4 \cos 2\theta) / (1 - n^2)$$

I^{\parallel} e I^{\perp} son las intensidades de la polarización paralela y perpendicular del haz de luz incidente a la unión de los dos medios, y $n = (n_2/n_1) < 1$. [9]

Por tanto, las dos características a tener en cuenta del campo evanescente son:

- i) La profundidad del campo evanescente, típicamente menos de una longitud de onda, para extenderse unos pocos cientos de nanómetros en el dieléctrico de índice de refracción n_2 .
- ii) La intensidad del campo evanescente, I_0 ; para ángulos por encima del ángulo crítico es varias veces la intensidad incidente, I .

Llegar a ese campo e interactuar con él es posible eliminando parte de la cubierta. Esto se consigue por diversas técnicas, una de las cuales es el pulido lateral de la fibra. Actualmente se utiliza este pulido para la creación de dispositivos ópticos, como los acopladores, que se aprovechan de este fenómeno, haciendo que, al unir paralelamente dos fibras por su zona pulida se acople el campo evanescente de una en la otra y viceversa.

Al pulir la fibra lo que conseguimos es remover parte de la cubierta, acercándonos de esta forma a la zona del campo evanescente, pudiendo pulir hasta alcanzar el núcleo, con mayor afectación sobre éste y actuar sobre él en nuestro beneficio. La transmisión a partir de ahora depende del índice de refracción del material que se encuentre sobre la zona descubierta, siendo el aire de índice 1 en el caso de no colocar ningún material, y alcanzando un mínimo de transmisión cuando el índice de refracción del medio adyacente sea igual al índice del núcleo, recuperándose la ganancia según vaya aumentando este índice como se puede observar en la Figura 9.

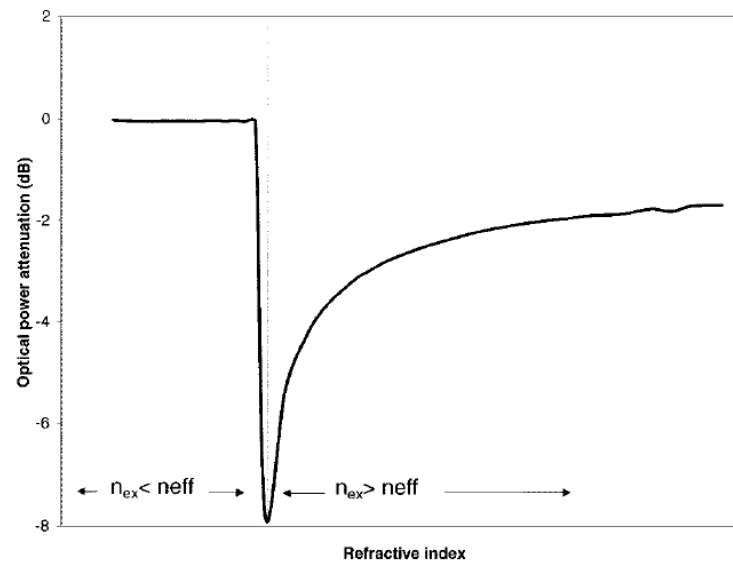


Figura 9. Atenuación de la potencia óptica en función del índice de refracción del material sobre la zona pulida. [10]

3.1.2 ¿Qué es la resonancia de plasmón superficial?

La resonancia de plasmón superficial (SPR) es una técnica que se aplica en gran variedad de disciplinas. La SPR puede utilizarse para medir los cambios en el índice de refracción que ocurren en la vecindad inmediata de un sensor de superficie, así, cualquier fenómeno físico que afecte al índice de refracción provocará una respuesta. Las aplicaciones iniciales de la SPR estaban ligadas a la investigación de las propiedades ópticas inherentes a las películas metálicas, pero desde estos estudios, la SPR ha expandido su utilización en variedad de aplicaciones, incluyendo: medidas de

absorción, biocinética y técnicas de biodetección, medición de volumen de líquidos, detección de gases, inmunosensores, modulación de luz, procesos analíticos, espectrómetros, microscopía de SPR, mediciones de índices de refracción, fibras polarizadas de SPR, y caracterización de películas delgadas. En estos años, la dirección que ha tomado el estudio de la SPR es hacia las técnicas de biodetección.

La necesidad de técnicas analíticas que minimizasen el tiempo de preparación de las muestras y maximizasen la sensibilidad siendo aplicables en tiempo real ha impulsado el área de la resonancia de plasmón superficial (SPR) en este campo. Con la SPR, entre otras muchas cosas, se puede estudiar el estado de unión así como la cinética de una reacción sin el uso de etiquetas fluorescentes.

Las ideas centrales que rodean a la SPR existen desde hace más de un siglo, y se basan en óptica y teoría de mecánica cuántica. En los años actuales, el ritmo de desarrollo de las aplicaciones prácticas de SPR se ha acelerado para satisfacer a demanda comercial.

Debido al incremento de necesidades versátiles y altamente sensibles de técnicas de biodetección, Biacore AB, Quantech, Texas Instruments, and EBI Inc., han desarrollado sistemas comerciales de SPR [11]. Cada uno de estos sistemas está dirigido al análisis en tiempo real de las interacciones biomoleculares para análisis bioquímicos.

La SPR es una técnica basada en la óptica que explota la naturaleza de los metales para excitar plasmones superficiales para producir información cualitativa y cuantitativa del sistema [4].

→ Plasmón superficial:

El plasmón superficial (SP) puede entenderse en términos generales como una oscilación de los electrones en la superficie de un conductor, típicamente una película delgada de metal. La generación de SP es altamente dependiente de las propiedades ópticas de los materiales que están en la vecindad inmediata de la película de metal. Con unas condiciones adecuadas, la luz puede acoplarse con el modo del SP y monitorizarse como una señal analítica. Sólo la luz con un vector de onda que más se ajusta al del modo del SP presentará algún grado de acoplamiento. El grado de acoplamiento de la luz se relaciona directamente con las propiedades ópticas de los materiales en contacto con la capa de metal [11].

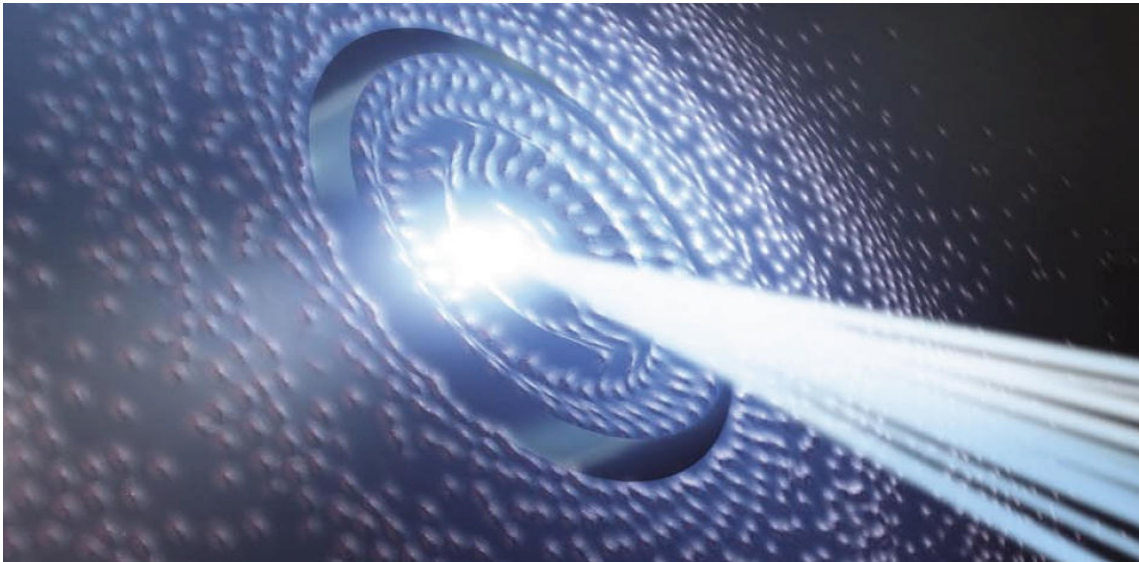


Figura 10. Representación artística de la excitación de los plasmones superficiales. [12]

→Resonancia de plasmón superficial:

- *Descripción cualitativa:*

La resonancia de los plasmones superficiales es un fenómeno físico que ocurre cuando se excitan los electrones libres de una capa metálica, habitualmente de oro o de plata, mediante la incidencia de luz polarizada. La luz que incide en la interfase entre el metal y el prisma provoca la excitación de un plasmón superficial para un determinado ángulo de incidencia de dicha luz [1].

- Geometría:

No se puede excitar los plasmones superficiales con una fuente de luz directamente, ya que es necesario que los vectores de onda de la luz y los plasmones se igualen, siendo el vector muy pequeño en el caso de la luz cuando se propaga por el aire. Por lo tanto, la configuración basada en un prisma de vidrio permite a la luz aumentar la intensidad del vector de onda al atravesarlo. En 1968, tanto Otto como Kretschmann desarrollaron configuraciones de prisma de acoplamiento para la excitación SPR basados en conceptos como la atenuación de reflectancia total. En la configuración de Otto, el prisma y la superficie de metal están separados por un dieléctrico (típicamente aire). En la configuración de Kretschmann se coloca la película de metal entre el prisma y el dieléctrico.

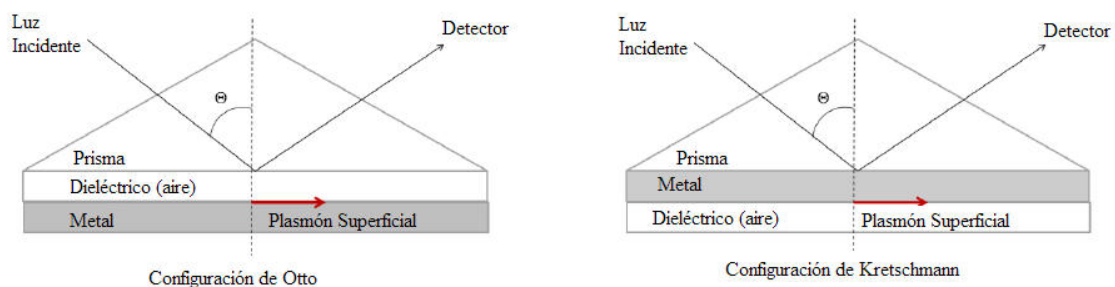


Figura 11. Geometrías para obtener SPR. [4]

La última configuración es menos susceptible de sufrir pérdidas de Fresnel y es más fácil de implementar ya que la capa de metal se puede depositar directamente sobre la cara del prisma. Por ello, la configuración de Kretschmann es ampliamente aceptada como una configuración superior [4].

- Configuración de Kretschmann:

La configuración del prisma de Kretschmann es esencialmente una estructura en la que se acopla un rayo de luz con el modo de plasmón superficial (SP) que puede existir en la superficie de una capa delgada de metal. Las películas de oro o plata son las más utilizadas como soporte para SP debido a sus propiedades ópticas y la relativa facilidad con que pueden ser depositadas con un espesor exacto sobre un sustrato. La película se deposita típicamente sobre un sustrato de cristal que está acoplado ópticamente a una guía de ondas. El principal criterio para que un material soporte ondas de SP es que la parte real de la permitividad del dieléctrico sea negativa. Otros materiales que soportan SP son el cobre, aluminio, paladio, platino, níquel, cobalto, cromo, vanadio, tungsteno y los semiconductores muy dopados n. Los metales son los más utilizados para la resonancia de plasmón superficial.

El entorno físico en el que se crea el SP alterará la eficiencia de acoplamiento del rayo de luz. En la disposición de Kretschmann, la película delgada que soporta el SP está rodeada en ambos lados por materiales dieléctricos. Uno de los dieléctricos será la guía de onda (el prisma), y la otra será la muestra de interés. El SP existe en la intercara del metal-muestra, donde es posible tener componentes de un campo eléctrico externo de la luz generada, el campo evanescente, presente en ambos medios. Este campo eléctrico tendrá una distribución a través de la frontera y su penetración puede ser determinada usando

$$d_p = \lambda / 2\pi \sqrt{\sin^2 \theta - \frac{n_2}{n_1}}$$

El modo SP está atrapado dentro de la intercara, donde hay un campo evanescente que decae en los alrededores. Este modo de superficie es una oscilación en forma de onda de la densidad de carga de electrones en la capa de metal y será influida por los cambios en las propiedades ópticas del entorno. El mecanismo por el cual se acopla un campo eléctrico en el modo SP se muestra en la figura 12.

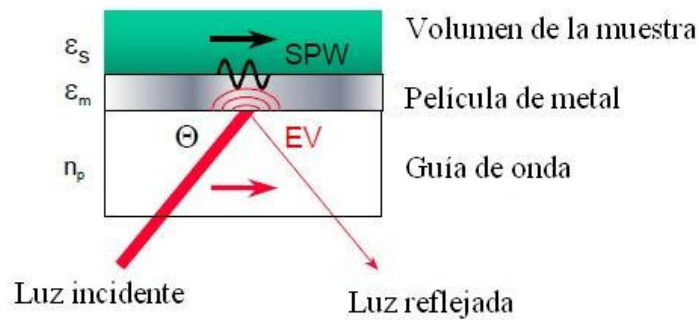


Figura 12. Acoplo del campo evanescente con los plasmones superficiales. [11]

Este mecanismo es el método clásico de acoplamiento de SP, el esquema de prisma de Kretschmann se puede ver en la Figura 13.

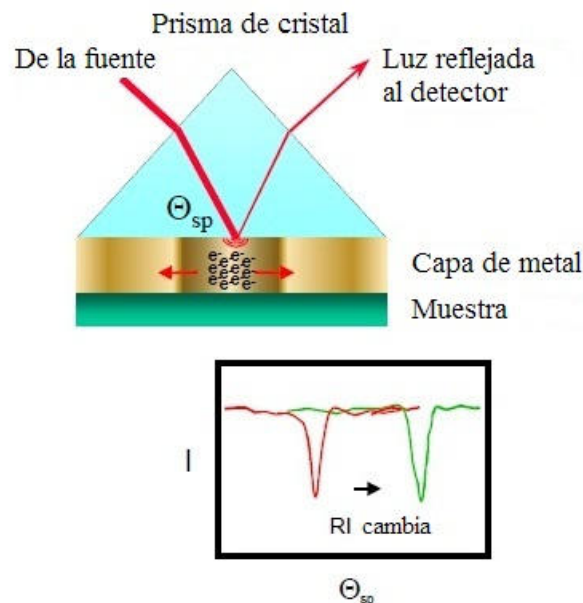


Figura 13. Configuración de Kretschmann. Variación del ángulo de resonancia. [11]

- Parámetros de detección:

El plasmón superficial es afectado por cambios en la permitividad de los materiales en contacto con el metal. La permitividad eléctrica, ϵ , es una cantidad adimensional que es proporcional a la raíz cuadrada de índice de refracción del material. A medida que la permitividad cambia varía la eficacia de acoplamiento de la luz en el modo de los plasmones, lo que puede ser monitorizado observando el ángulo de acoplo del SP, θ_{sp} , que será el ángulo del haz de luz incidente que proporciona acoplamiento máximo de SP. Para el sistema de detección particular descrita en las Figuras 12 y 13, los parámetros de medida de interés serán el ángulo de incidencia del haz de luz con respecto a la capa de metal y la intensidad de luz reflejada. Si el ángulo de incidencia del haz de luz es escaneado dentro de un rango de valores, se observará un mínimo en la reflectividad a un ángulo discreto. A este ángulo de incidencia particular, para una serie

de valores dieléctricos y longitudes de onda ópticas, la luz es más eficientemente acoplada en el modo del plasmón, y la reflexión de la película de metal es atenuada al máximo. Este acoplo de la luz en el modo del plasmón provoca un decremento de la luz en el detector. La detección se realiza mediante la relación θ_{sp} con los cambios en la permitividad, o más explícitamente, con el índice de refracción de la muestra [11].

- *Descripción cuantitativa:*

La descripción precedente de la generación de SP ha sido de forma cualitativa. Para entender mejor el acoplo de los plasmones superficiales, es mejor considerar que la condición de resonancia puede describirse mediante el uso de vectores de onda.

- Vectores de onda:

Los vectores de onda son expresiones matemáticas que describen la propagación de la luz y otros fenómenos electromagnéticos. Cuando la luz se acopla al modo de los plasmones superficiales mediante un prisma, los vectores de onda que describen tanto la luz como los plasmones son iguales entre sí. Esto se conoce como acoplo del vector de onda. Aunque la siguiente afirmación no es intuitiva, la SPR no puede producirse mediante una iluminación directa de la capa metálica. El acoplo de los vectores de onda no ocurren en esta situación porque el vector de onda de la luz es siempre más pequeño que el que describe los plasmones superficiales. El prisma se utiliza para incrementar este vector de onda para que ambos puedan igualarse. La ecuación

$$k_x = \frac{2\pi}{\lambda} n_p \sin \theta$$

describe un vector de onda, k_x , que caracteriza la componente de la propagación de la luz paralela a la cara metálica. Aquí, θ es el ángulo de incidencia de la luz con la capa metálica, n_p es el índice de refracción del prisma, y λ es longitud de onda de la luz transmitida. El vector de onda del SP, k_{sp} , se muestra en la ecuación

$$k_{sp} = \frac{2\pi}{\lambda} \sqrt{\frac{\epsilon_m \epsilon_s}{\epsilon_m + \epsilon_s}}$$

donde ϵ_m es la permitividad del metal y ϵ_s es la permitividad de la muestra.

Desechando la parte imaginaria de ϵ , k_{sp} puede reescribirse como

$$k_{sp} = \frac{2\pi}{\lambda} \sqrt{\frac{n_m^2 n_s^2}{n_m^2 + n_s^2}}$$

donde n_m y n_s son los índices de refracción del metal y la muestra respectivamente. La parte imaginaria del índice de refracción complejo puede asociarse a la absorción, la unidad de medida se encuentra habitualmente en la Ley de Beer que se trata de la relación empírica que relaciona la absorción de luz con las propiedades del material

atravesado. La detección que se trata en la mayoría de las aplicaciones de SPR se basa en los cambios de la parte real del índice de refracción debidos a la acción química o bioquímica. Por lo tanto, las ecuaciones usadas no llevarán la componente imaginaria. Sin embargo, cuando se modelan sistemas SPR la permitividad compleja de la placa metálica que soporta el SP se utiliza porque existe en las muestras reales.

- Índices de refracción:

La ecuación anterior relaciona el vector de onda del SP con los índices de refracción involucrados en el sistema, haciendo más fácil la descripción. Si definimos un sistema con parámetros fijos, como una muestra con índice de refracción conocido, y definimos una longitud de onda de excitación, es fácil ver cómo puede ocurrir el acoplo de los vectores de onda. Típicamente se utiliza un láser para la excitación de la luz, siendo comunes las fuentes de helio-neón. Otras fuentes se aplican sin embargo, e incluyen diodos de gran amplitud de salida y fuentes de banda ancha. Los índices de refracción del metal y el prisma n_m y n_p , serán constantes a una longitud de onda particular, aunque ambos variarán en un rango de longitudes de onda. Quedan dos parámetros, θ y n_s . Eligiendo una muestra particular, por ejemplo, una solución acuosa, se determinará el rango de n_s , dejando sólo θ como una variable. Pequeños cambios en el índice de refracción de la muestra se pueden controlar mediante la medida del ángulo de acoplo resonancia, θ_{sp} , y la intensidad reflejada.

- Polarización:

La luz que está p-polarizada con respecto a la superficie de metal atraviesa el prisma y se acopla al modo del SP de la capa metálica. La Figura 14 muestra la terminología usada para hablar de la polarización de la luz.

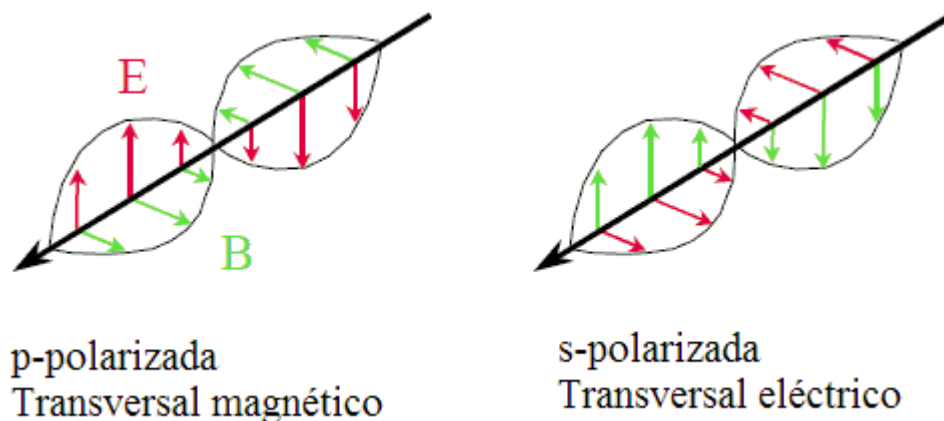


Figura 14. Tipos de polarización. [11]

Las ondas de propagación electromagnéticas tienen vectores de campo eléctrico y magnético que son ortogonales entre sí. Sólo la luz p-polarizada puede acoplarse al modo del plasmón porque esta polarización particular tiene un vector de campo eléctrico oscilando de manera normal al plano que contiene la película de metal. Esto a veces se define como transversal magnético, TM, polarización en referencia a la orientación del vector de campo magnético. La luz s-polarizada, o transversal eléctrica, TE, no puede

acoparse porque el vector de campo eléctrico es paralelo a la superficie del metal. En la Figura 15 se ilustra la respuesta de la SPR para las diferentes polarizaciones de la luz.

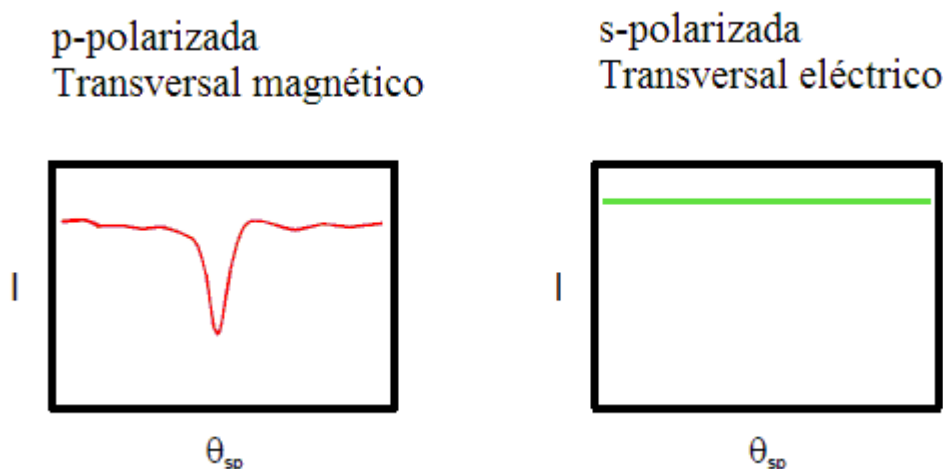


Figura 15. Respuesta de la SPR para las diferentes polarizaciones. [11]

Además, sólo una polarización debe tenerse en cuenta cuando se construye un modelo matemático. Esto simplifica el sistema y decrementa el número y complejidad de cálculos.

→ Aplicaciones de la SPR:

La SPR es una técnica que sólo es sensible a cambios en el índice de refracción de una superficie externa y cercana a la capa de metal. En principio puede parecer un método con muchas limitaciones debido a que se trata de un mecanismo no específico, sin embargo, esta generalidad es la que permite que sea utilizado en un amplio rango de aplicaciones.

- *Medida del índice de refracción:*

La medida del índice de refracción se realiza en cromatografía, análisis por inyección de flujo (FIA) y control de procesos de algunos productos líquidos. La medición del índice nos puede dar una idea de la concentración, pureza e identidad el producto, siempre que la muestra o analito pueda ser objeto de esta metodología. La mayoría de estos procedimientos involucran medidas del ángulo crítico del sistema que contiene la muestra. Uno de los instrumentos más comúnmente utilizados para la medida del índice de refracción es el refractómetro Abbe, el cual mide el ángulo crítico en la reflexión interna del prisma para determinar el índice de una muestra líquida. Típicamente, el refractómetro Abbe puede medir el índice de refracción con una sensibilidad que se aproxima a 1×10^{-5} RIUs (unidades de índice de refracción) con un control de temperatura estable.

La SPR puede utilizarse para las medidas del índice de refracción en situaciones adversas de forma más eficiente que con los esquemas de control del índice de refracción más tradicionales. Los sensores de SPR son únicos en que no les afecta la dispersión de la luz o cambios similares que ocurren en el volumen de la muestra. Esto

se debe a la profundidad de muestro del SP. La profundidad de muestreo se ha determinado experimentalmente a ser más o menos 200-300nm – muy pequeño en comparación al tamaño del flujo de partículas. La respuesta de la SPR es sólo de un pequeño volumen en la vecindad inmediata a la película de metal. Esto es una gran ventaja cuando es necesario controlar el índice de refracción de muestras con partículas suspendidas u otra interferencia. Se necesita muy poca preparación de la muestra para la mayoría de ellas, siempre y cuando no sean perjudiciales para la capa de metal que soporta la SPR.

- *Biosensores:*

Se puede extender la SPR a los biosensores, donde se puede aprovechar todo el potencial de esta técnica. Muchos de los diferentes sensores y biosensores que se utilizan se basan en los cambio de índice de refracción que se generan en la superficie del sensor para producir una señal. El sensor de SPR puede convertirse en un biosensor muy específico para detectar biointeracciones entre proteínas y biomoléculas mediante la formación de sensores de superficie funcionales específicos para un analito particular. Esto podría ser tan simple como inmovilizar anticuerpos directamente en la superficie metálica e introducir un antígeno en una corriente que fluye. Como los antígenos se unen a los anticuerpos, el índice de refracción de la superficie del sensor cambiará y afectará a las condiciones del acoplamiento de la SPR.

La Figura 16 es una representación de cómo la SPR se puede utilizar como biosensor.

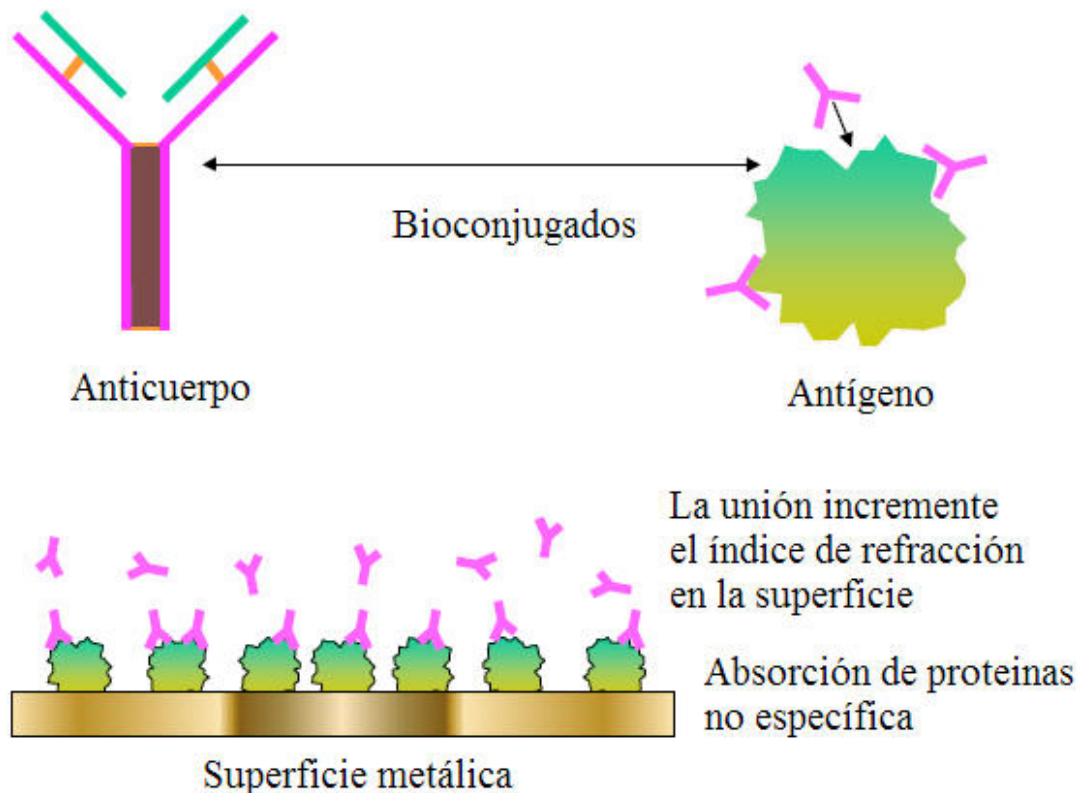


Figura 16. Representación de un biosensor de SPR. [11]

Un miembro del par bioconjugado se inmoviliza en la superficie del sensor. El otro miembro se introduce sobre la superficie del sensor de manera que ocurra la unión entre ambos. Esta unión incrementará el índice de refracción que conduce a un cambio en las condiciones de la SPR.

Se pueden introducir otras sustancias en el biosensor, como diferentes sales, que le afectarán debido a su propio índice de refracción y efectos iónicos sobre la superficie del sensor. Estos efectos son del orden de 1×10^{-3} RIUs, y pueden normalizarse usando las mismas soluciones para los analitos y para las muestras de referencia.

→ Conclusiones:

Como se ha visto, la SPR es un método excelente para el control de los cambios de índice de refracción en la vecindad cercana a la superficie del metal. Cuando el índice de refracción cambia, el ángulo al que se observa un mínimo en la intensidad cambiará como se muestra en la Figura 17, donde (I) representa la gráfica original de la luz reflejada frente al ángulo incidente y (II) indica lo mismo tras el cambio del índice de refracción.

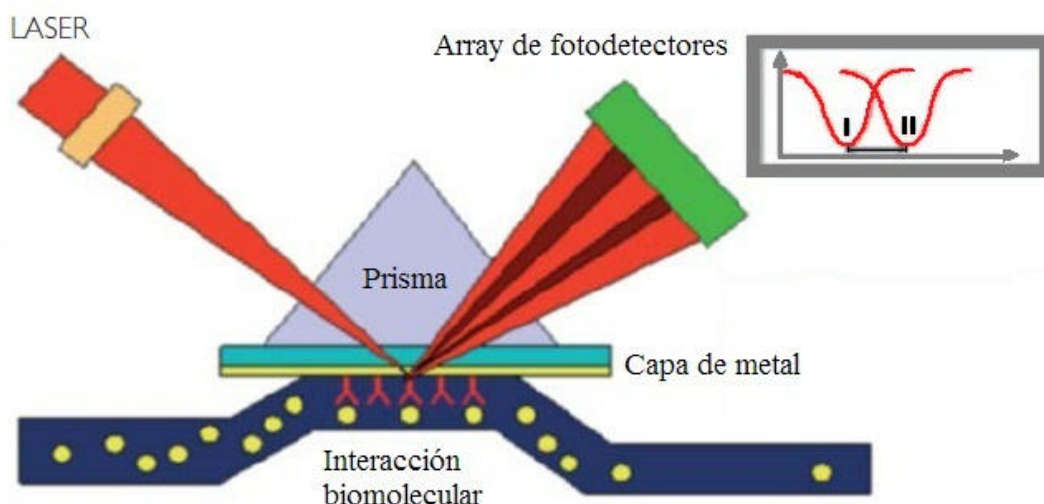


Figura 17. Variación del mínimo de intensidad al variar el índice de refracción. [13]

La resonancia de plasmón superficial no sólo sirve para la medida entre estos dos estados, puede utilizarse para controlar los cambios en el tiempo, si se siguen los cambios del ángulo de resonancia al que se observa el mínimo de la intensidad.

La Figura 18 representa el cambio de la reflectancia a un ángulo de incidencia con el tiempo, y se le llama sensograma. Si el cambio se produce mientras se da una interacción biomolecular, la cinética de ésta se puede estudiar en tiempo real [14].

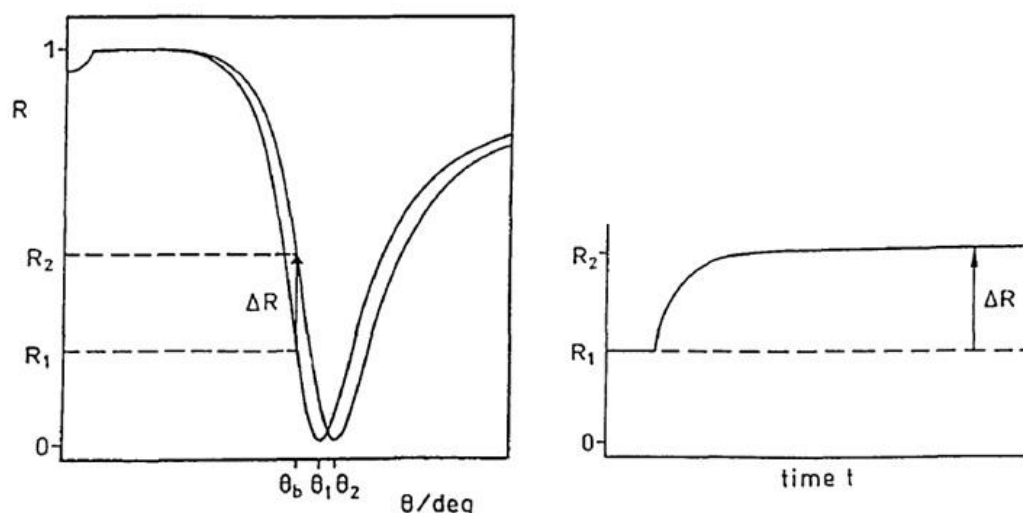


Figura 18. Variación del ángulo de resonancia y variación de la reflectancia con el tiempo o Sensograma. [15]

Estos sensores pueden detectar de forma directa concentraciones de rango nanomolar, o cambios de 10^{-5} en el índice de refracción, o lo que es lo mismo, 1pg/mm^2 depositado en la superficie del sensor [13].

3.1.3 ¿Cómo realizar sensores de SPR mediante fibra óptica?

En los últimos años se ha producido una extensa investigación y desarrollo de actividades orientadas al diseño y realización de sensores de fibra óptica para la medición de concentración de productos químicos. Además de la naturaleza no-invasiva de la detección, que es común a todas las técnicas ópticas, los sensores de fibra óptica ofrecen numerosas ventajas características, tales como inmunidad a los efectos de interferencias electromagnéticas, y capacidad de trabajar en ambientes peligrosos, hostiles, explosivos e inflamables. Además, el uso de fibra óptica permite desarrollar elementos de detección en miniatura, robustos y compactos pudiendo ser utilizados de manera remota tanto de la fuente como del detector, con una potencial multiplexación de los sensores. Se espera encontrar esta instrumentación en aplicaciones en industria, vigilancia medioambiental, caracterizaciones biomédicas y de materiales [16].

→ Fundamentos físicos:

El caso de los sensores de SPR basados en un prisma, con el esquema de Kretschmann, donde se requiere una onda evanescente para excitar los plasmones superficiales es el resultado de la reflexión total que se produce en la interfase prisma-metal cuando el ángulo de incidencia es mayor que el ángulo crítico. Para poder utilizar fibra óptica como sensor de SPR debe tener campo evanescente, el cual suele estar

presente en la fibra óptica porque el guiado de la luz ocurre en ella debido a que el rayo guiado experimenta la reflexión total interna en la frontera del núcleo-revestimiento. En el caso de la fibra óptica, el campo evanescente se propaga a lo largo de esta interfase. Por lo tanto, para diseñar un sensor de SPR basado en fibra óptica, el prisma puede ser sustituido por el núcleo de una fibra óptica. Para fabricar un sensor de SPR basado en fibra óptica, el revestimiento de sílice de una pequeña parte de la fibra, preferiblemente del medio, se elimina y el núcleo sin revestimiento se cubre con una capa de metal. La capa de metal es rodeada por una capa dieléctrica de detección, como se muestra en la Figura 19.

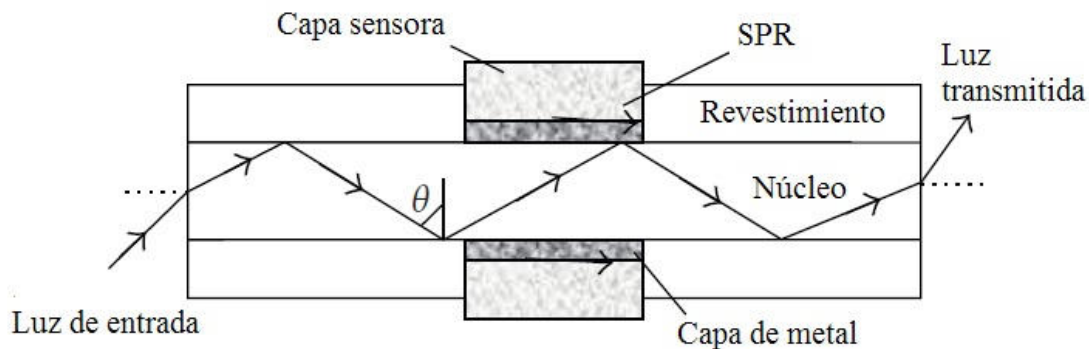


Figura 19. Fibra óptica como sensor de SPR. [5]

En un sensor de SPR basado en fibra óptica, se guían todos los rayos, por lo tanto, en vez del método angular a la salida se utiliza un método espectral. Se introduce por un extremo de la fibra óptica la luz creada por una fuente policromática. El campo evanescente producido por los rayos guiados excitan los plasmones superficiales en la interfase de detección del metal-dieléctrico. El acoplamiento del campo evanescente con los plasmones superficiales depende fuertemente de la longitud de onda, de los parámetros de la fibra, de la geometría de la sonda, y de las propiedades de la película de metal. A diferencia de los sensores de SPR basados en un prisma, en la geometría de los sensores de SPR basados en fibra óptica el número de reflexiones para la mayoría de los rayos guiados es mayor que uno. Cuanto más pequeño sea el ángulo de incidencia en la intercara, mayor será el número de reflexiones por longitud de onda en la fibra. Además, el número de reflexiones para cualquiera de los rayos también depende de la longitud de la región de detección y del diámetro del núcleo. El número de reflexiones es uno de los parámetros más importantes que afectan a la anchura de la curva de SPR. La intensidad de la luz transmitida tras pasar a través de la región de detección se detecta en la salida en función de la longitud de onda. El espectro de la SPR que se obtiene es similar en forma al mostrado en la Figura 20, y se le puede llamar curva de SPR.

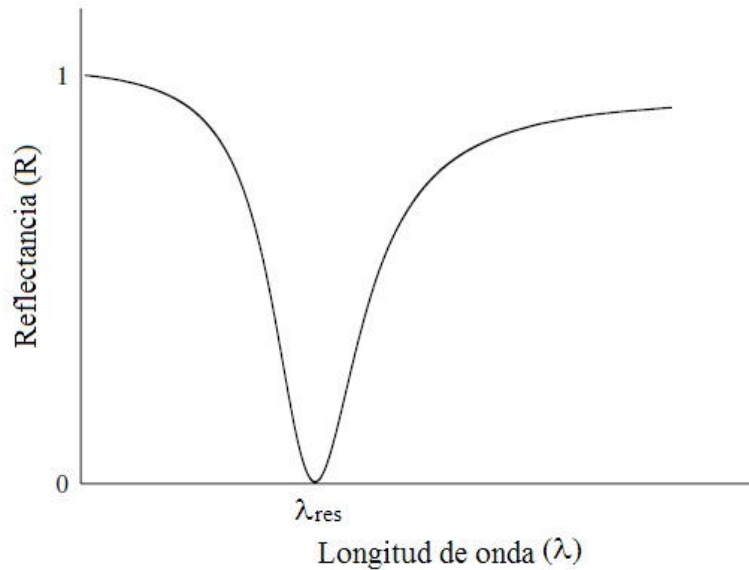


Figura 20. Espectro de SPR en fibra óptica, basado en longitud de onda. Curva de SPR. [17]

La detección se lleva a cabo mediante la observación de la longitud de onda correspondiente al mínimo del espectro, llamada longitud de onda de resonancia. La calibración del sensor de SPR será una gráfica de la variación de la longitud de resonancia con el índice de refracción de la capa detectora. La sensibilidad y la precisión de detección se determinan de la misma forma que en el caso de detección angular. Los ángulos se reemplazan por longitudes de onda en las definiciones de sensibilidad y precisión de detección [17].

3.2 Diseño real

3.2.1 Fibra óptica para SPR.

La sensibilidad, precisión de detección, reproductibilidad, y rango de operación de los sensores son los parámetros más importantes para comparar unos sensores con otros. Existen varios diseños posibles, utilizando fibra óptica, que se presentan a continuación:

→ Tipos:

- *Sonda cónica:*

Muchos grupos de investigación han trabajado en mejorar la sensibilidad del sensor de SPR con fibra óptica cambiando la geometría del mismo. Convertir la zona de detección en cónica es una de estas modificaciones, como se puede observar en el ejemplo de la Figura 21.

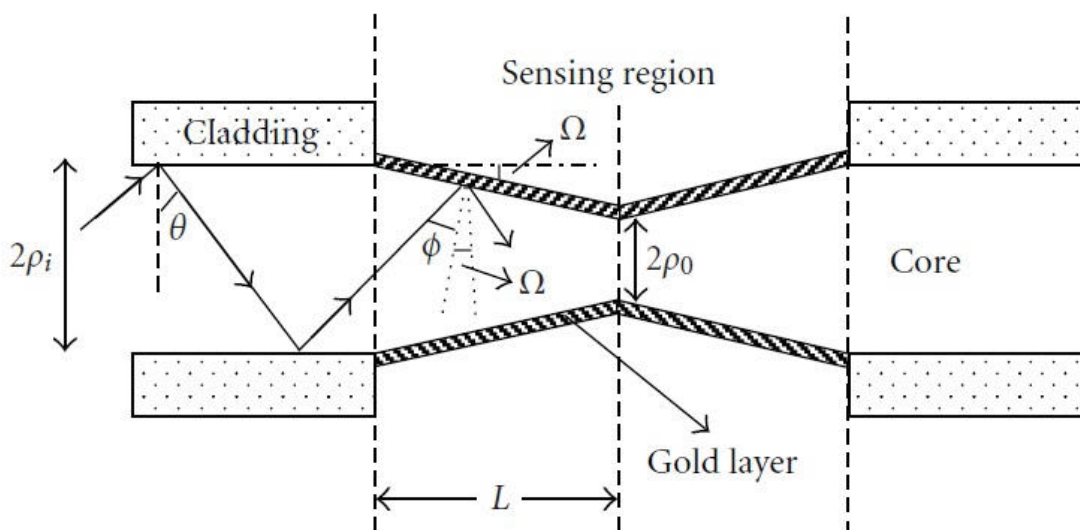


Figura 21. Sonda cónica. [17]

Cambiando el perfil de la sonda de SPR cónica se puede conseguir afectar a la sensibilidad del sensor. Existen tres tipos de perfiles cónicos, que son el lineal, parabólico y lineal-exponencial. Los estudios han concluido que la máxima sensibilidad la aporta el de forma cónica lineal-exponencial. Este incremento de la sensibilidad ocurre por el decremento del ángulo de incidencia de los rayos guiados con la normal del interface núcleo-revestimiento de la región cónica.

Para mejorar la sensibilidad, se coloca una sonda de SPR uniforme, revestida con metal, entre dos regiones de la fibra cónicas sin cubrir, como en la Figura 22.

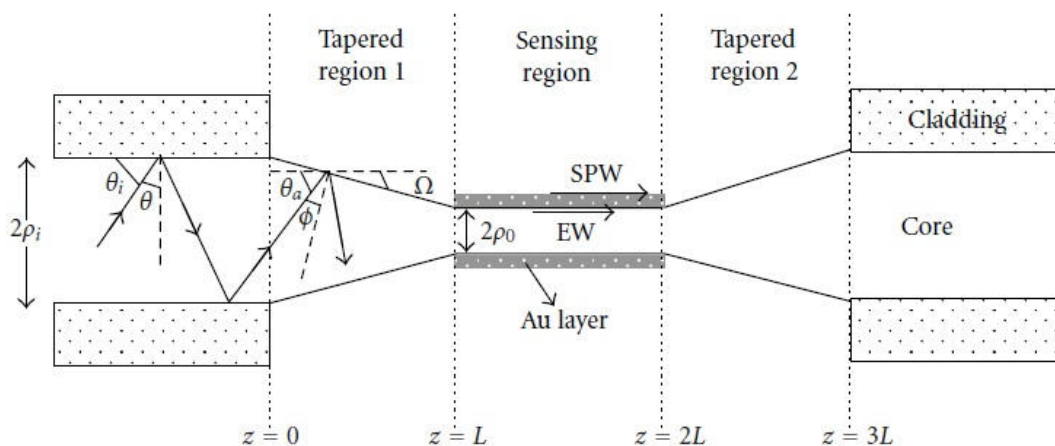


Figura 212. Mejora de la sonda cónica. [17]

La región cónica 1, hace decrecer los ángulos de incidencia de los rayos acercándose al ángulo crítico, y la región cónica 2 los reconvierte a los valores iniciales, por lo que todos los rayos se propagan de principio a fin. En la región de detección, el rayo se propaga cercano al ángulo crítico, con lo que la región donde se producirá la detección es mayor y más efectiva en su totalidad que en el caso anterior, por lo que la sensibilidad aumenta.

La comparación entre ambos métodos se puede ver en las Figuras 23 y 24, y observa que la selectividad en ambas se incrementa con el aumento de la conicidad. La sensibilidad en los casos de utilización de fibra óptica se calcula mediante la relación entre la variación de la longitud de onda de resonancia entre la variación del índice de refracción (Unidades de índice de refracción – RIU).

$$\text{Sensibilidad} \rightarrow S = \frac{\Delta\lambda_{SPR}}{\Delta n}$$

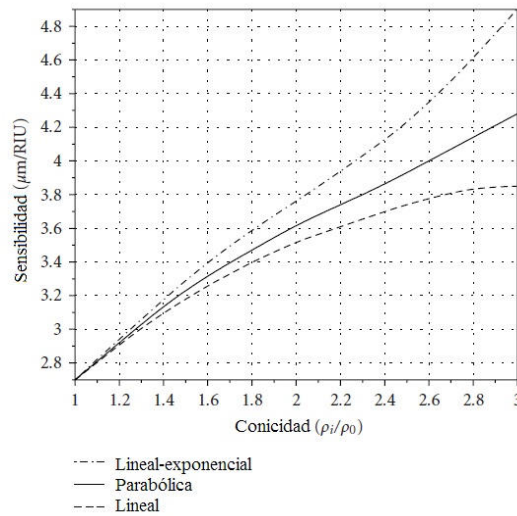


Figura 222. Sensibilidad de la sonda cónica según su conicidad. [17]

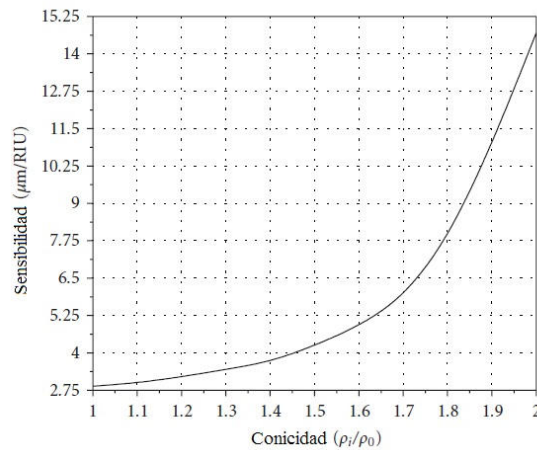


Figura 223. Sensibilidad de la variación de sonda cónica según su conicidad. [17]

- En forma de U:

El ángulo de incidencia del rayo con la normal de la frontera del núcleo y el revestimiento puede ser aproximado al ángulo crítico con una sonda en forma de U. Este sensor sólo se cubre de metal una parte, como se observa en la Figura 25.

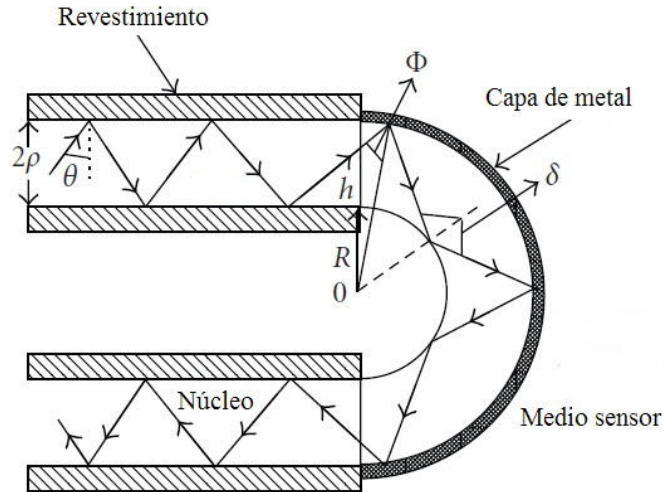


Figura 224. Sensor de fibra en forma de U. [17]

El incremento de la sensibilidad sube hasta un cierto valor del radio de curvatura bajando después de forma abrupta. En la Figura 26 se muestra este hecho, para diferentes longitudes de la zona sensora.

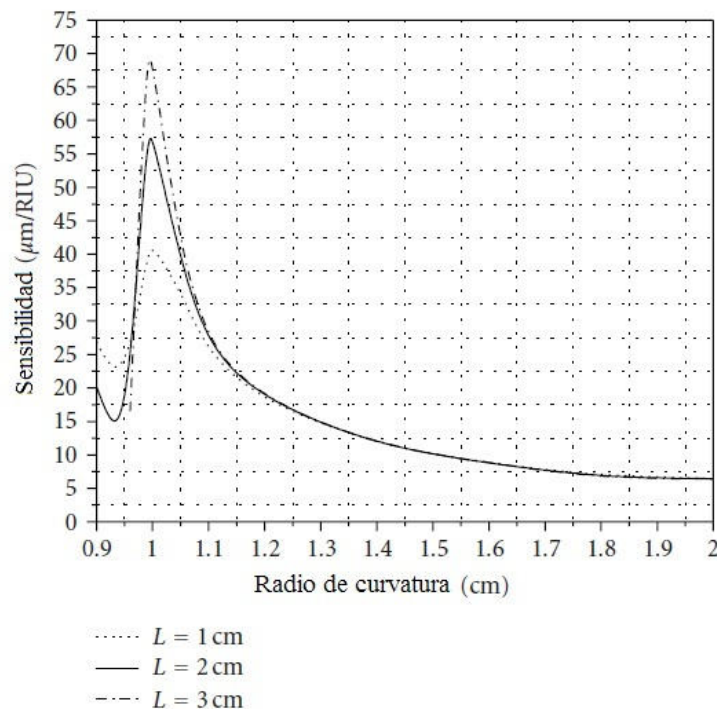


Figura 225. Variación de la sensibilidad según el radio de curvatura. [17]

Se comprueba que el radio de curvatura al que se produce la máxima sensibilidad es independiente de la longitud de la zona de detección.

En este caso el incremento de la sensibilidad se produce por un decremento del ángulo de incidencia, el cual produce un aumento del número de reflexiones, lo que provoca la ampliación de la curva de SPR pero la disminución de la precisión en la detección. Esta caída de la precisión es asumible teniendo en cuenta el aumento de la sensibilidad obtenida. De hecho, la sensibilidad máxima es varias veces superior a los casos de sondas con forma cónica.

- *Fibras pulidas lateralmente:*

Las sondas de SPR anteriores utilizan fibras ópticas multimodo, pero estas tienen una limitación en la resolución, debido a que se produce ruido entre los diferentes modos. La fibra óptica monomodo en cambio, no posee este problema, y se puede utilizar también para los sensores de SPR. El sensor de resonancia de plasmón superficial utilizando fibra óptica monomodo pulida lateralmente sobre la que se deposita una fina capa de metal se observa en la Figura 27.

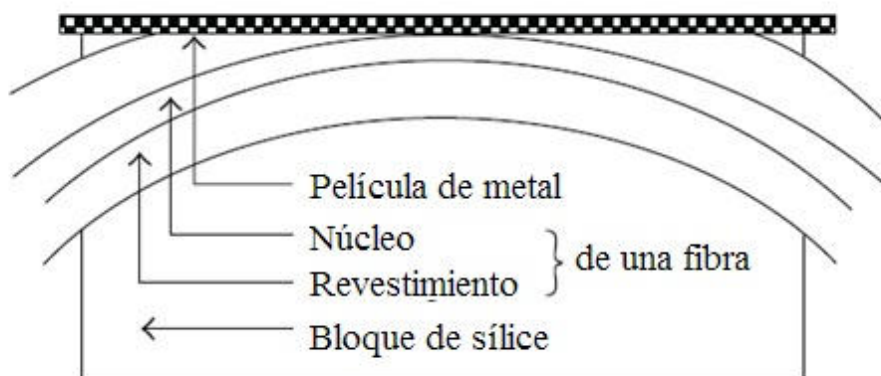


Figura 226. Fibra óptica pulida lateralmente. [17]

En esta configuración, el modo guiado que se propaga en la fibra excita las ondas de plasmón superficial en la intercara entre el metal y el medio sensor. La resonancia ocurre si los dos modos están estrechamente emparejados en fase. Dicho sensor de SPR basado en fibra óptica monomodo es más sensible y más preciso en comparación con los sensores basados en fibras ópticas multimodo, según el estudio de B. D. Gupta [17]. Sin embargo, su fabricación es mucho más compleja y sofisticada comparada con los que utilizan fibras multimodo. Una de las ventajas del sensor de SPR basado en fibra óptica pulida lateralmente es que requieren una cantidad muy pequeña de muestra para medir el índice de refracción.

Recientemente se ha informado de sensores de SPR basados en fibra óptica pulida lateralmente pero multimodo. En estos sensores la fibra se ha pulido hasta estar cerca de la mitad del núcleo. Esto incrementa el área de detección, con lo que es una ventaja. Aparte de la fibra óptica monomodo pulida lateralmente, las fibras ópticas monomodo de tipo-D se han utilizado también en aplicaciones de detección utilizando técnicas de SPR. Estas fibras también mejoran la sensibilidad, y consisten en el pulido de la mitad de la fibra, llegando al centro del núcleo y depositando de la misma forma metal, como se puede ver en la Figura 27. [17]

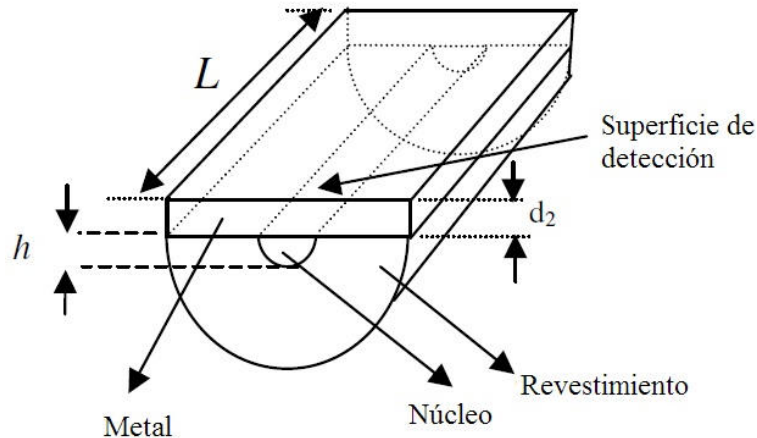


Figura 227. Fibra óptica monomodo de tipo D. [17]

→ Análisis:

Los sensores de SPR basados en fibra óptica multimodo tienen una limitación de resolución debido principalmente al ruido modal inherente de las fibras multimodo, causando la fluctuación de la fuerza de interacción de la onda de luz guiada y la onda de plasma superficial. A fin de superar esta limitación, se propone en la literatura [17] el desarrollo del sensor de SPR basando en fibra óptica monomodo, el cual tiene una sensibilidad mayor así como la precisión de detección mejorada. El mayor inconveniente del diseño de este sensor de SPR es que las fluctuaciones de la polarización de la luz que interactúa con los plasmones superficiales (por ejemplo, debido a deformaciones en la fibra óptica) producen fluctuaciones en la salida, por tanto, la polarización de la luz en la fibra óptica tiene que ser controlada con precisión para asegurar una salida estable. Esto será importante pero en la realización del proyecto no se utiliza luz polarizada, ya que la polarización que se pueda producir en la zona pulida se perderá enseguida, volviendo a obtener la luz no polarizada con lo que no aparecerán estos problemas [16].

Con vistas a la creación de sensores basados en SPR para el análisis de interacciones biomoleculares y la detección de analitos biológicos la fibra óptica monomodo pulida lateralmente es entonces la mejor opción, ya que cumple con todos los requisitos deseados de la alta sensibilidad, precisión de detección, reproductibilidad y miniaturización.

En este sistema, la onda de plasmón superficial puede excitarse con la propagación de un modo guiado en la fibra si las dos ondas están igualadas en fase, como puede verse en la Figura 28.

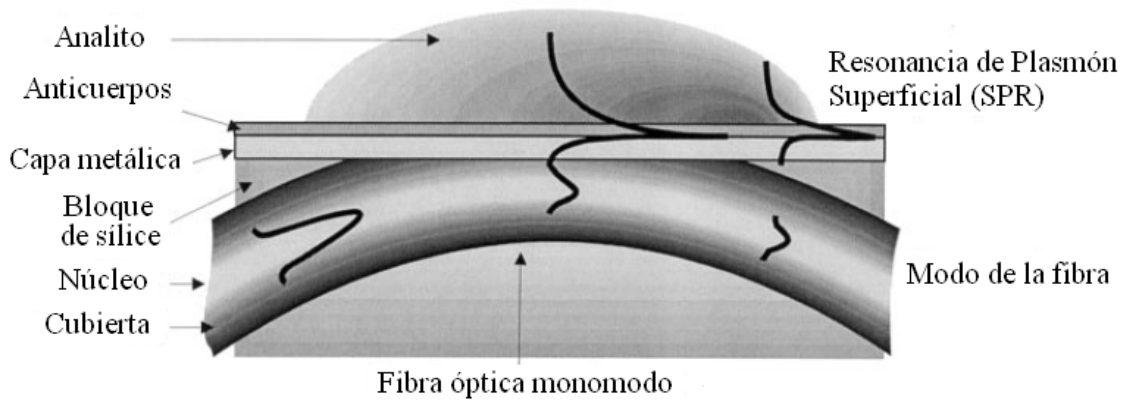


Figura 228. Biosensor de SPR con fibra óptica pulida lateralmente. [20]

Como la constante de propagación de la onda de plasmón superficial depende dramáticamente del índice de refracción del medio adyacente a la capa de metal (analito), la fuerza con que interaccionan la SPR y el modo de la fibra, y consecuentemente, la atenuación del modo de la fibra depende fuertemente del índice de refracción del analito. Las variaciones en el índice de refracción del analito pueden estar determinadas por el estudio de los cambios de la potencia óptica a una frecuencia fija (modo de amplitud) o por el estudio de los cambios en la longitud de onda a la que ocurre la atenuación de resonancia (modo espectral). Este diseño se puede adaptar fácilmente [5].

Por tanto se decide avanzar en la construcción de sensores basados en esta configuración (Figura28).

3.2.2 Elección del metal a depositar

Como ya se ha dicho, la resonancia de plasmón superficial puede existir en la frontera entre dos medios con constantes dieléctricas de signos diferentes, por ejemplo, un metal y un dieléctrico. La onda de densidad de carga está asociada con un campo electromagnético, los vectores de campo que alcanzan su máximo en la interfaz y decaen evanescentemente en los dos medios. Esta onda de plasmón superficial (SPW) es una onda de polarización TM. La constante de propagación de la onda de plasmón superficial propagándose en la interfaz entre un dieléctrico casi infinito y un metal se da en la siguiente expresión:

$$\beta = k \sqrt{\frac{\epsilon_m n_s^2}{\epsilon_m + n_s^2}}$$

Donde k representa el número de onda del espacio libre, ϵ_m la constante dieléctrica del metal ($\epsilon_m = \epsilon_{mr} + i\epsilon_{mi}$), y n_s el índice de refracción del dieléctrico. Como se puede concluir por la ecuación, la onda de plasmón superficial existirá en una estructura que consiga que $\epsilon_{mr} < -n_s^2$ [18]. El espectro de SPR de la configuración con fibra óptica pulida lateralmente se puede ver en la Figura 20.

→Elección del metal para SPR:

Diferentes materiales que soportan la resonancia de plasmón superficial son el oro, plata, cobre, aluminio, paladio, platino, níquel, cobalto, cromo, vanadio, tungsteno y algunos semiconductores. Los metales son los más utilizados para la resonancia de plasmón superficial, ya que, como se ha visto, el principal criterio para que un material soporte las ondas de plasmón superficial es que la parte real de la constante dieléctrica sea negativa [19]. Las películas de oro o plata son las más utilizadas como soporte para SP debido a sus propiedades ópticas y a la relativa facilidad con que pueden ser depositadas con un espesor exacto sobre un sustrato. Para estos metales, en la Tabla 1 se puede ver la comparación entre las principales características de la onda de plasmón superficial propagándose a lo largo de la interfaz cuando la capa de metal está en contacto con agua y capa de metal.

<i>Capa de metal que soporta SPR</i>	<i>Plata</i>		<i>Oro</i>	
<i>Longitud de onda (nm)</i>	630	850	630	850
Distancia de propagación (μm)	19	57	3	24
Profundidad de penetración en el metal (nm)	24	23	29	25
Profundidad de penetración en el dieléctrico (nm)	219	443	162	400
Concentración del campo en el dieléctrico (%)	90	95	85	94

Tabla 1. Características de la SPR para capas de oro y plata. [11]

El campo electromagnético se distribuye de manera muy asimétrica y la mayor parte del campo se concentra en el dieléctrico. Una onda de plasmón superficial propagándose a lo largo de la superficie de la plata se atenúa menos y muestra una localización mayor del campo electromagnético en el dieléctrico que una onda de plasmón superficial soportada por el oro.

Comparando los metales más utilizados para depositar sobre fibra óptica, en el caso del oro, demuestra un gran cambio en la longitud de onda de resonancia cuando se produce variación en el índice de refracción de la superficie de detección, y es estable químicamente. Por otro lado, la plata muestra una anchura menor de la curva de SPR provocando mayor relación señal-ruido (SNR) o precisión de detección. Lo abrupto que sea la curva de resonancia depende de la parte imaginaria de la constante dieléctrica del metal. La plata, con un valor mayor de la parte imaginaria de la constante dieléctrica, muestra la anchura menor de la curva de SPR que provoca como se ha dicho mejor precisión de detección. Por otro lado, el cambio de la curva de SPR depende de la parte real de la constante dieléctrica del metal. La parte real de la constante dieléctrica es mayor en el caso de oro que en el de la plata y, por lo tanto, el oro demuestra un cambio mayor del parámetro de resonancia al cambiar el índice de refracción de la capa de detección. La estabilidad química de la plata es pobre debido a su oxidación. La oxidación de la plata ocurre tan pronto como es expuesta al aire y especialmente al agua, lo que dificulta obtener resultados reproducibles y por lo tanto, el sensor es poco fiable para aplicaciones prácticas. Por lo tanto, se requiere el tratamiento de la superficie de plata para protegerla con una cobertura fina y densa.

Se han analizado la capacidad de otros metales, como el cobre (Cu) y aluminio (Al) para aplicaciones de sensores de SPR. Los dos metales también se puede utilizar en un sensor de SPR. El cobre tiene algunas limitaciones como la plata. Es químicamente

vulnerable contra la oxidación y corrosión, por lo tanto, se requiere su protección para aplicaciones de detección estables.

Se ha estudiado teóricamente la capacidad de detección de SPR de las diferentes combinaciones bimetalicas realizadas con Ag, Au, Al y Cu. Las Figuras 29a y 29b muestran las variaciones de la sensibilidad y SNR con la relación de espesores de la capa bimetalica, para las diferentes combinaciones. La figura predice que para capas de oro solamente, la sensibilidad es máxima, siendo las de sólo aluminio las menos sensibles. En lo que se refiere a la relación SNR, la combinación Cu-Al es la mejor, frente a Ag-Au que posee la peor SNR.

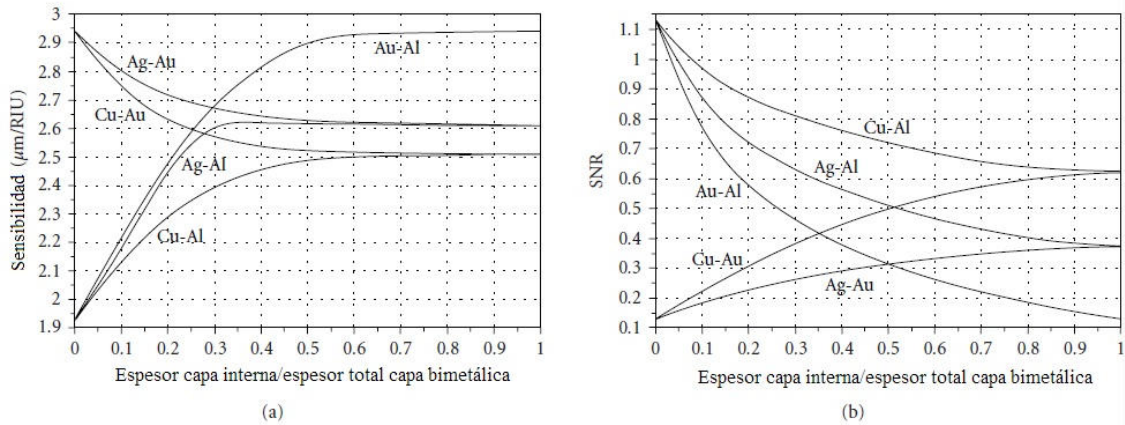


Figura 29. Variación de (a) la sensibilidad y (b) SNR para la proporción de capa interna para diferentes combinaciones metálicas. [17]

Este estudio nos indica que no existe una combinación de metales única para conseguir buenos valores tanto de SNR como de sensibilidad simultáneamente [17].

→Influencias en la curva de SPR:

Los resultados de la simulación numérica de las curvas de SPR obtenidos por G. V. Beketov [22] para diferentes valores de las constantes ópticas y espesores de la capa de metal nos llevan a importantes conclusiones:

- i) La posición del mínimo en la curva de SPR para una superficie metálica limpia no depende (en una primera aproximación) del espesor del metal d_M ni de la parte real del índice de refracción n_M de la capa de metal; en las mismas condiciones está determinado por el valor del coeficiente de absorción del metal: cuanto menos k_M (parte imaginaria del índice de refracción), mayor será el la longitud de onda de resonancia λ_{SPR} y ΔR (anchura del espectro SPR a la mitad de reflectancia R , como se muestra en la Figura 30, sustituyendo, para este proyecto, el ángulo por longitud de onda).

- ii) El grosor de la capa de metal d_M y la parte real del índice de refracción de la capa de metal n_M influyen más en el valor de la reflectancia mínima R_{min} , la cual se produce a la longitud de onda de resonancia λ_{SPR} .

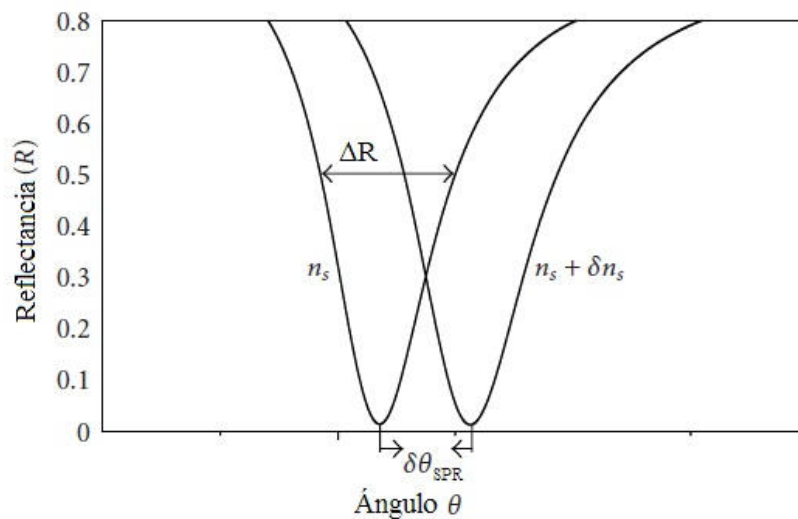


Figura 30. Anchura del espectro de SPR a la mitad de reflectancia, ΔR , para la estructura de Kretschmann. [17]

La variación del grosor de la capa de metal influye esencialmente en el valor de la reflectancia mínima, R_{min} , que se produce a la longitud de resonancia, λ_{SPR} . Esta reflectancia se incrementa cuando el espesor de la capa de metal difiere de su valor óptimo, donde la reflectancia alcanzará su valor mínimo.

→ Espesor de la película de oro:

El espesor de la película de metal es un factor importante que influye en las características del transductor de SPR.

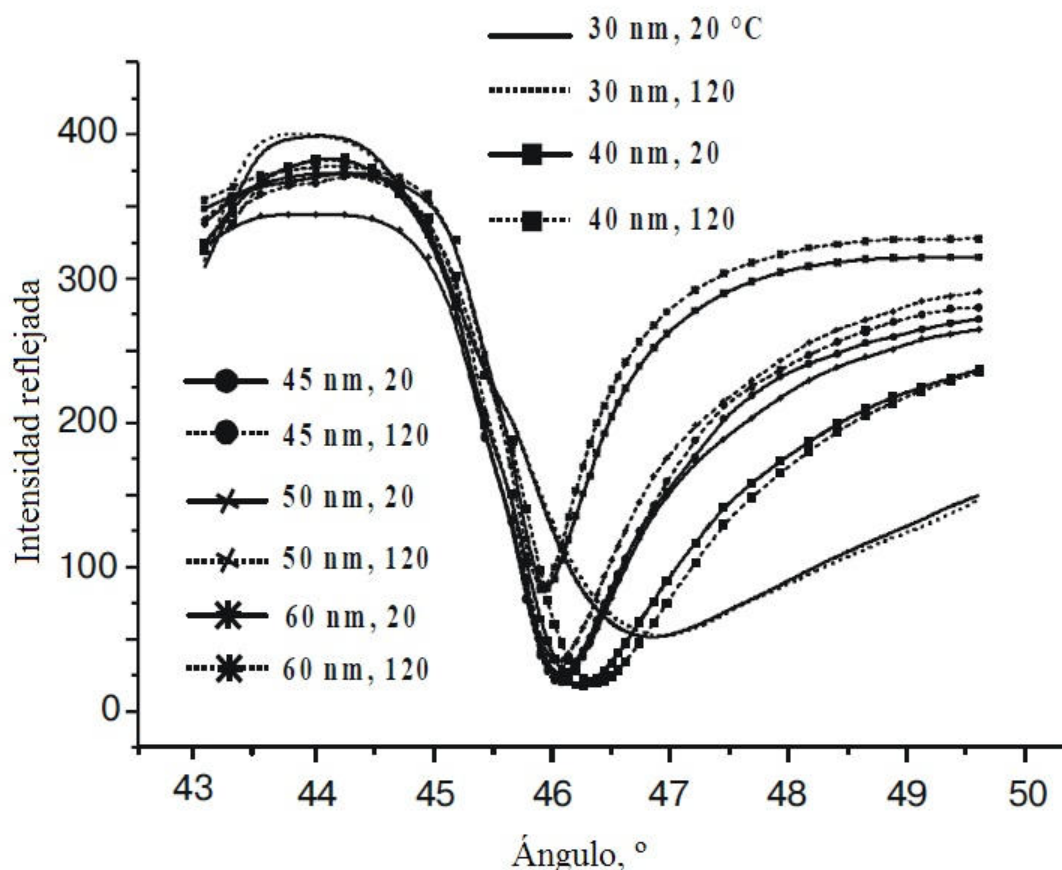


Figura 31. Comparación de la curva de SPR para diferentes espesores de la película de oro y diferentes temperaturas de recocido. Configuración de Kretschmann. [22]

Las dependencias de la Figura 31 (en este proyecto, al utilizar una configuración con fibra óptica y no con prisma, se representaría frente a la longitud de onda) confirman lo dicho anteriormente de que el incremento y decremento de d_M cambia esencialmente la forma de la curva de SPR: si d_M es mayor que el valor óptimo, la R_{\min} se incrementa, si d_M es menor, entonces la ΔR aumenta. Cualitativamente se podría entender como el grosor de la lámina de metal, en el caso de ser mínimo, hace que las oscilaciones de los electrones se atenúen con rapidez debido a la menor cantidad de electrones y el rozamiento de éstos con la superficie; en el caso de ser demasiado gruesa, ocurrirá que los electrones ya no se moverán únicamente en dirección paralela al plano, sino que algunos saldrán en otras direcciones, con lo que la oscilación no será tan perfecta, y con ello la transferencia de energía será menor. Es interesante el caso de que la influencia de la temperatura de recocido de la deposición depende del espesor de la película de metal [22]. En la elaboración de este proyecto no se podrá realizar variaciones en la temperatura de recocido, por lo que no se tiene en cuenta.

→ Conclusiones:

Los metales más utilizados para detección mediante SPR son el oro y la plata debido a su facilidad de deposición de forma precisa y exacta. Conseguir un sistema que implique la mejor sensibilidad y precisión de detección de forma simultánea no es posible. La elección del oro se lleva a cabo por ser estable químicamente, cosa que en el caso de la plata no ocurre.

La variación de espesor de la capa metálica influye en el mínimo de reflectancia (cantidad relativa de potencia transmitida), pero apenas en la posición de la longitud de resonancia, con lo que la elección del grosor de la película metálica se elegirá con el objetivo de conseguir el valor mínimo de reflectancia a ese ángulo de resonancia, y como se ha visto en la Figura 31, este espesor será de alrededor de 45 nm.

3.2.3 Utilidad de los sensores de SPR.

La resonancia de plasmón superficial es un método excelente para comprobar cambios en el índice de refracción en la vecindad de la zona de detección. En el caso de este proyecto, utilizando fibra óptica pulida lateralmente, los cambios se traducen en variaciones de la longitud de onda a la que se produce la resonancia de plasmón superficial. No sólo sirve el sensor de SPR para observar el cambio de un estado a otro, sino que también para el estudio en tiempo real de los cambios producidos en la longitud de onda de resonancia.

Mediante estos sensores se podrán realizar dos estudios adicionales:

- Realizar la visualización de la cinética de interacciones biomoleculares, mediante el estudio del desplazamiento del mínimo de la curva de resonancia de plasmón superficial con el tiempo. La gráfica resultante se conoce como sensograma [14].
- También se puede analizar la concentración de un analito en una muestra, comprobando la variación de la reflectancia a una longitud de onda concreta [14],[23].

→ Detección directa:

El caso más sencillo consiste en la inmovilización de un ligando o detector sobre la superficie metálica, que atraparé sólo al analito o sustancia que se quiere analizar. La captura de la sustancia analizada por el ligando da lugar a una señal medible. Esta señal estará provocada por la variación de la curva de resonancia de plasmón superficial como se muestra en la Figura 32.

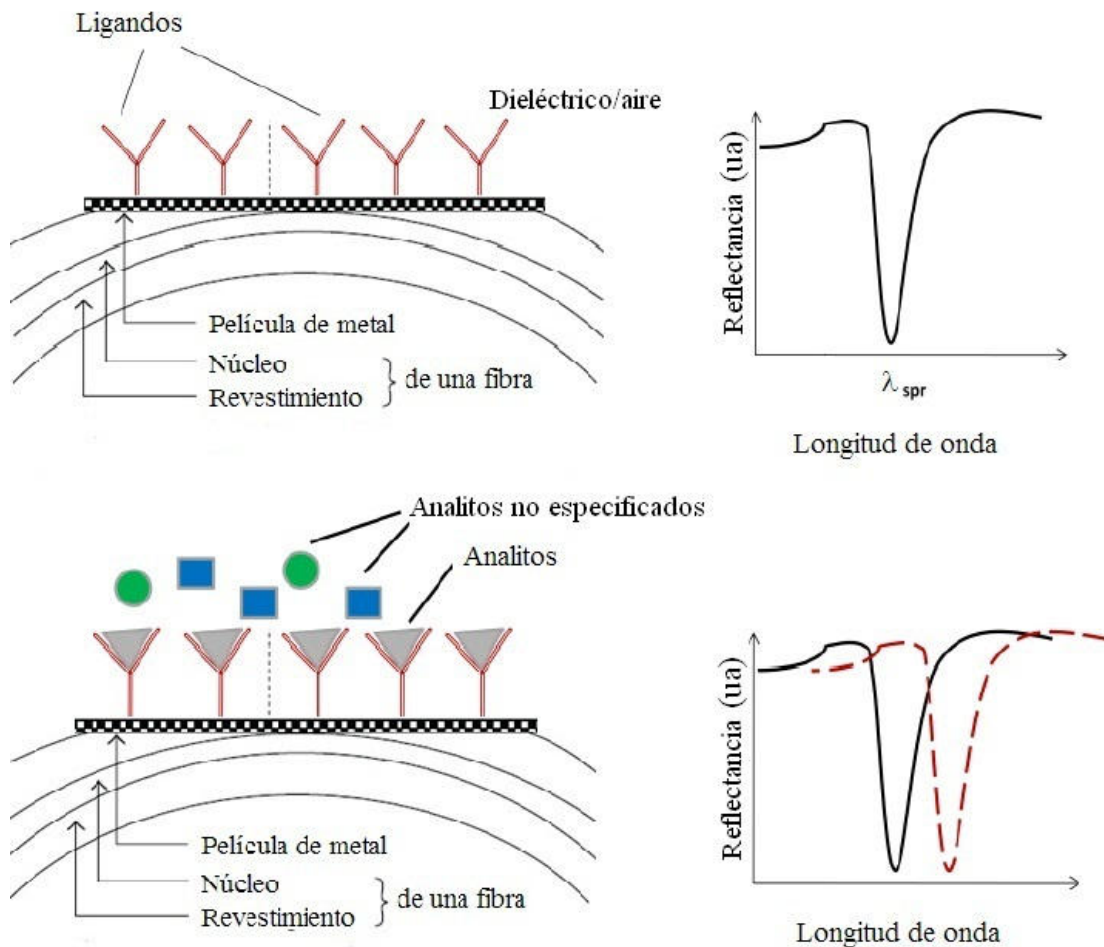


Figura 32. Detección directa de la sustancia analizada con variación de la curva de resonancia de plasmón superficial.

En el detector sólo se comprobará una longitud de onda concreta, con lo que la detección consiste en la variación de la reflectancia (valor relativo), o intensidad transmitida (valor absoluto), a esa frecuencia. En la Figura 33 se muestra la variación de la reflectancia en la longitud de onda λ_b cuando la longitud de onda de resonancia cambia de λ_1 a λ_2 . Como se pasa de un valor de reflectancia a otro, a la salida se observará una variación de la intensidad, lo que nos indica que en la sustancia analizada existe el analito que se quiere detectar.

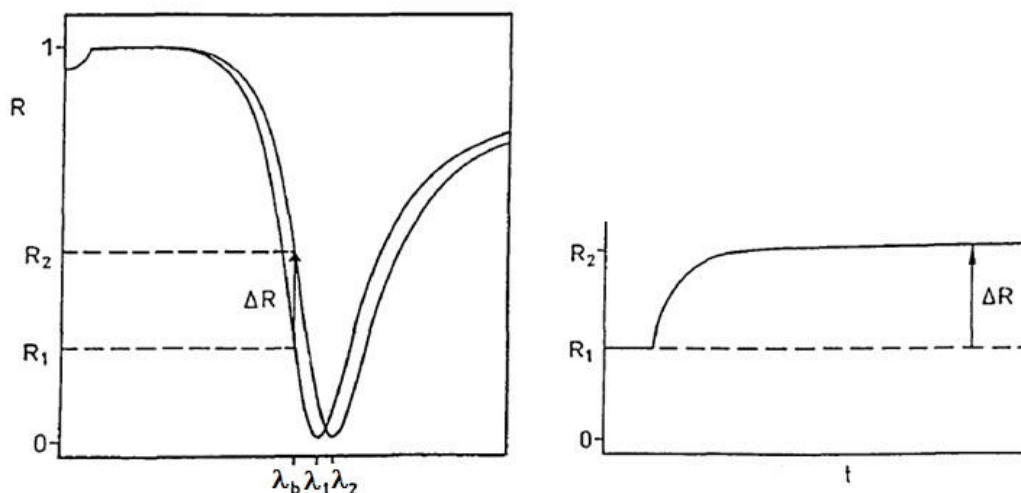


Figura 33. Variación de la reflectancia para una longitud de onda dada al variar la curva de resonancia de plasmón superficial.

→ Cinética de interacciones biomoleculares. Sensograma:

Con el sistema anterior sólo se consigue averiguar si existe o no la sustancia que se desea detectar. Se puede llegar a realizar el estudio de la cinética de estas interacciones biomoleculares entre el ligando y el analito mediante el análisis en tiempo real. Este análisis se puede hacer mediante la variación de la longitud de onda de resonancia, o de la misma forma que antes, mediante la variación de la reflectancia a una longitud de onda concreta. En la Figura 34 se observa el sensograma donde se muestra la variación de la longitud de onda de resonancia de la curva de la resonancia de plasmón superficial (en caso de observar la reflectancia, a una longitud de onda concreta, la gráfica sería similar).

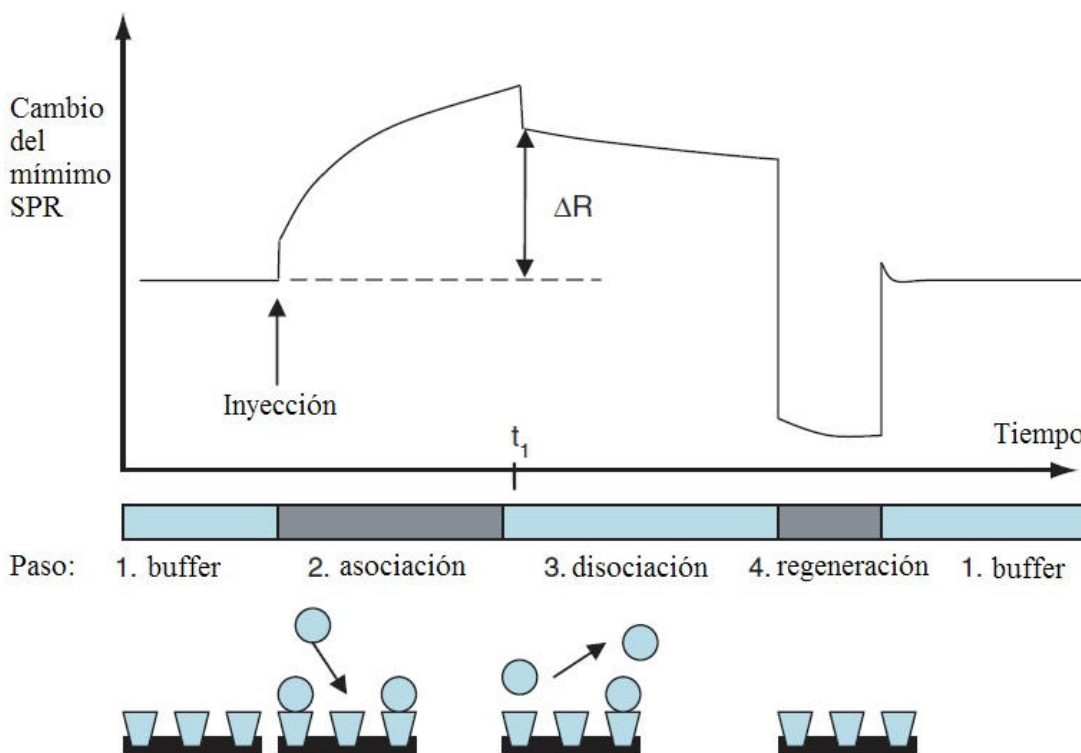


Figura 34. Sensograma. Variación temporal del mínimo de la curva de resonancia de plasmón superficial. [14]

Cada medición se inicia con el acondicionamiento de la superficie del sensor, ya que es muy importante tener una captura de referencia antes de empezar. En este momento (1) se han fijado los ligandos a la superficie con los que se pretende detectar el analito deseado. Al inyectar la sustancia que posee los analitos (2), éstos son capturados en la superficie. En este punto se puede observar en tiempo real la cinética de absorción de la molécula del analito. Tras ello se inyecta una solución buffer que elimina todos los componentes que se han podido agarrar pero que no interesan (3). Se puede calcular aquí la cantidad de analitos que han sido capturados por los ligandos mediante la variación de la reflectancia ΔR , o lo que es lo mismo, mediante la variación de la potencia de salida con respecto a la inicial. Se inicia a partir de ahora la disociación de los analitos, pudiendo estudiar también su cinética. Como último paso, se inyecta una solución que rompe estos enlaces ligando-analito (4) consiguiendo la regeneración del sensor inicial, ya que los ligandos deben estar muy bien anclados y los analitos son eliminados. Si se quiere volver a utilizar este sensor es necesario que la solución inyectada para romper estas uniones deje los ligandos tal y como se habían sujetado a la superficie del oro. Se inyecta un buffer para limpiar las impurezas y dejar la superficie de detección acondicionada para la siguiente medición. Este método también puede servir para obtener información termodinámica y de la energía de unión del proceso [14].

→ **Concentración de un analito en una muestra:**

A parte del estudio de la cinética de la reacción (análisis cualitativo), se puede utilizar este sistema de SPR para la medida de la concentración del analito en la muestra (análisis cuantitativo). Para este caso se han de aplicar diferentes concentraciones de la sustancia analizada en ciclos separados de análisis. La

superposición de estos sensogramas medidos con diferentes concentraciones se puede ver en la Figura 35 donde se ve como la etapa de asociación aumenta al aumentar la concentración del analito.

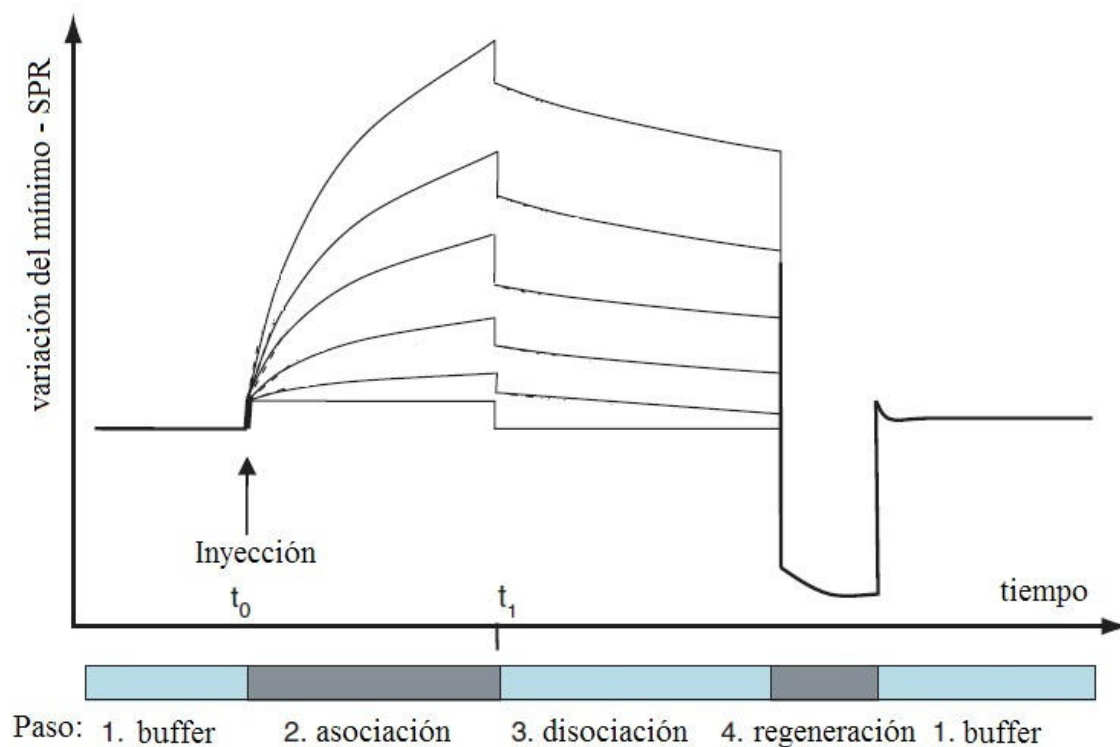


Figura 35. Variación del sensograma para diferentes concentraciones de la sustancia de análisis.
[14]

La curva de calibración se podrá construir transcurrido un cierto intervalo de tiempo (t_1), observando la potencia a la salida del sistema a una longitud de onda concreta y representando la variación de la reflectancia ΔR frente a la concentración. En la Figura 36 se muestra una posible curva de calibración de la concentración de la sustancia analizada.

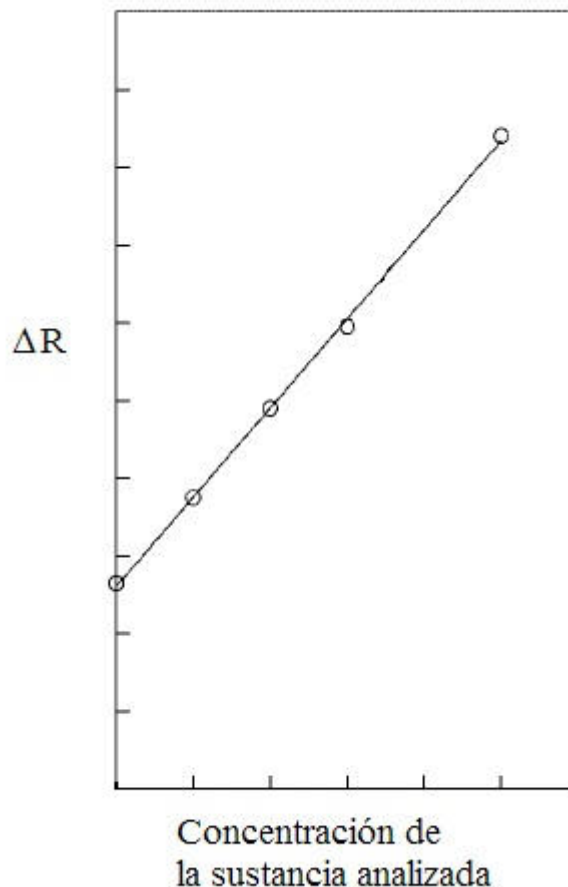


Figura 36. Representación de una curva de calibración de la concentración de un analito.
Variación de la reflectancia en función de la concentración del analito.

Como se ha mencionado, la detección mediante el fenómeno de la resonancia de plasmón superficial se produce por la variación del índice de refracción, que en la práctica se aplica a la cantidad de masa que hay sobre la superficie de detección. Pero debido a esto, la detección sólo será posible si la asociación entre el analito y el ligando produce un cambio en el índice de refracción. Esto será fácil si las moléculas a detectar son grandes. En caso de ser pequeñas, habría que detectar mayor cantidad de sustancia deseada, haciendo que este sistema sea menos sensible.

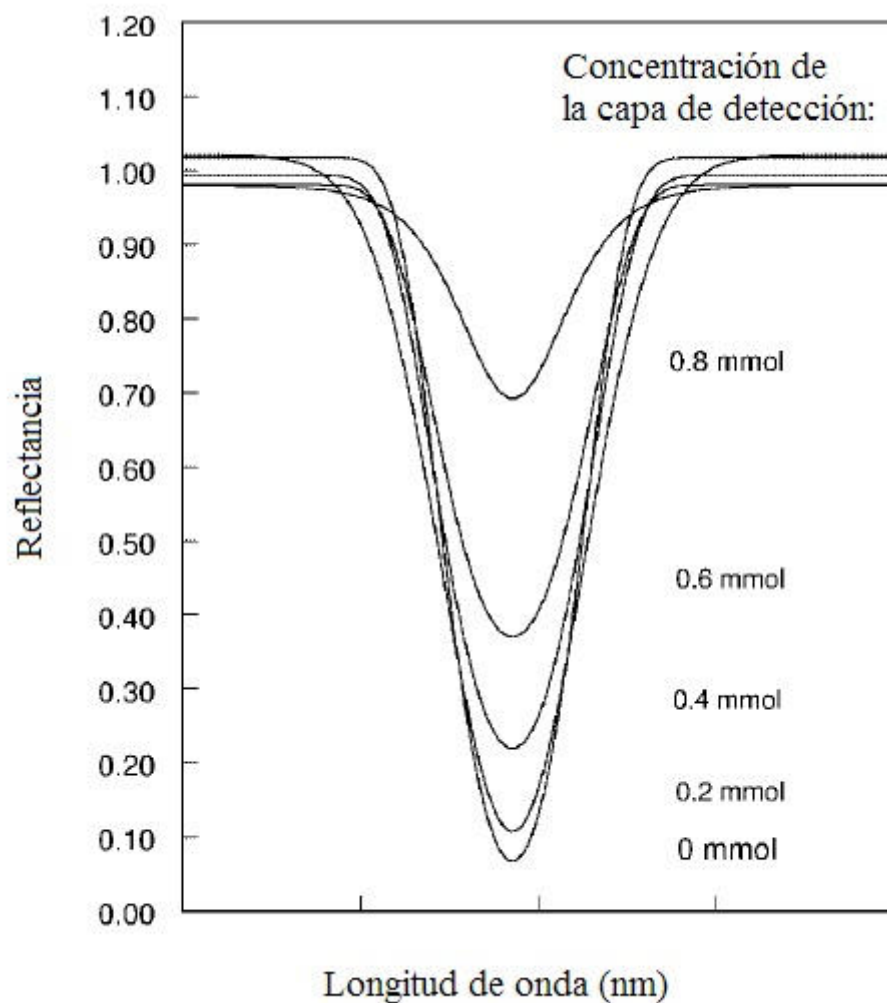


Figura 37. Variación de la curva de resonancia de plasmón superficial para diferentes concentraciones de ligandos. [23]

Esta pérdida de sensibilidad se debe a que al aumentar el número de ligandos, la curva de SPR disminuye en sensibilidad, como se muestra en la Figura 37.

3.3 Tareas desarrolladas hacia el diseño

3.3.1. Búsqueda de suministradores

La primera idea al dar forma al proyecto fue adquirir fibra óptica pulida lateralmente directamente de alguna empresa que la suministrase. La búsqueda de suministradores de fibra óptica pulida lateralmente se realizó mediante palabras clave, tanto relacionadas con el pulido de la fibra óptica como con componentes ópticos fabricados con la misma.

Expresiones como “Side Polished fiber”, “D-Shape fiber”, “coupler”, “single-mode fiber”, “evanescent field”, “fiber optic coupling”, “evanescent wave”, etc. llevan a empresas como WT&T, Cabledoc, Polymicro Technologies, L-Com, Fiberdyne Labs, BSi, FIA, Telnet, FiberSensing, MicronOptics, FiberFab, OTT, KVH Industries, Phoenix Optics.

Tras escribir a las empresas sobre la posibilidad de obtener fibra pulida lateralmente sólo alguna contestó de forma afirmativa.

KVH Industries → Ofrecía una muestra de 25 metros de fibra pulidas en forma D que operaba en 830nm y 1550nm. No se obtuvo respuesta al pedir más información sobre superficie de pulido y el significado de los 25 metros de fibra.

Polymicro Technologies → Fabricaban fibras de salto de índice multimodo y podían suministrarlas pulidas lateralmente, pero no en el caso de las fibras monomodo.

WT&T Inc → Podían suministrar fibras ópticas pulidas en forma de D, monomodo, y daban la posibilidad de elegir el tipo de la fibra, la longitud del área pulida con forma D, la profundidad del pulido, conexiones y longitud de la fibra total.

Tras no recibir contestación o recibir negativas por parte de todas las demás empresas se procedió al pedido de fibras pulidas lateralmente a la empresa canadiense WT&T Inc. Se pidieron 5 fibras SMF-28 pulidas lateralmente en D, con 4-15mm de pulido en el centro de la fibra, 2 metros de fibra óptica con conectores FC, a 185\$ la unidad.

Después de una espera de 5 meses sin recibir el pedido se buscó una forma alternativa de obtener fibra pulida lateralmente. Se intentó conseguir el pulido en el laboratorio, como se explica en el apartado **3.3.2 Pulido de la fibra óptica**.

Durante el proceso de pulido, y comprobando que éste resultaba muy costoso y complicado, se volvió a buscar empresas que las suministrasen, volviendo a insistir a las empresas que no habían contestado y otras nuevas. Al final se encontró que la empresa Phoenix Photonics, incorporaba como novedad entre sus productos fibra óptica monomodo pulida lateralmente, la cual habían conseguido producir de forma mecánica y óptima para poder comercializarla tras diez años de investigación en ese terreno.

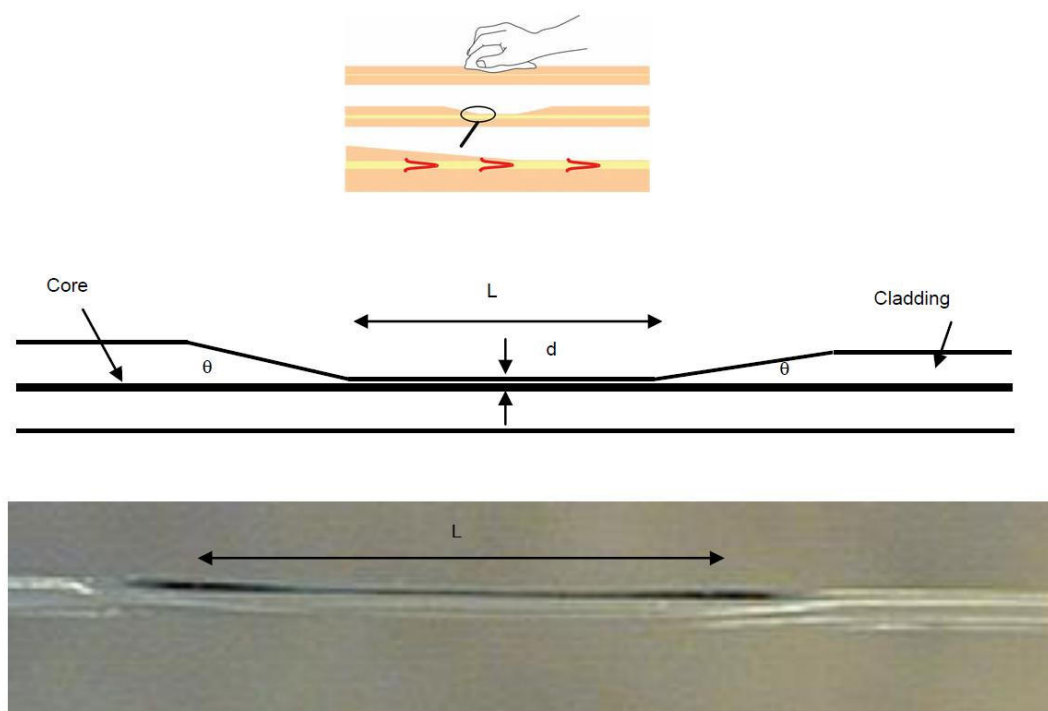


Figura 38. Fibra óptica pulida lateralmente. Phoenix Photonics.

Se realizó un pedido a esta empresa inglesa de 10 unidades a 60€ cada una de fibra pulida lateralmente con conexiones FC y las especificaciones estándar de la Tabla 2:

Longitud de onda	nm	1310, 1550
Pérdidas de inserción en aire	dB	<0.1
Pérdidas de inserción en índice de refracción 1.5	dB	>45 (Típico 60)
Longitud de la región pulida	mm	17
Tipo de fibra		SMF28

Tabla 2. Especificaciones estándar de fibra óptica pulida lateralmente. Phoenix Photonix.

La atenuación ofrecida por la empresa, según el índice de refracción en la zona pulida y según la profundidad de ésta se muestra en la Figura 39:

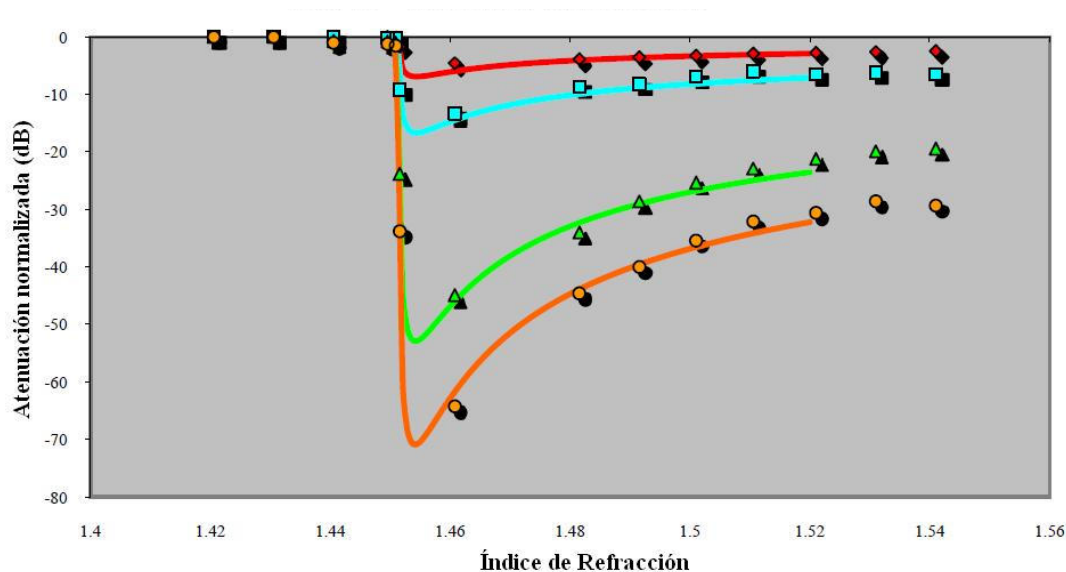


Figura 39. Atenuación de la respuesta con superposición de índice de refracción para diferentes profundidades de pulido – línea teórica y puntos de datos. Phoenix Photonics.

Tras 3 semanas se recibieron las fibras perfectamente embaladas y se procedió a su caracterización, como se estudia en la sección **3.3.3. Caracterización fibra pulida**, para comprobar que era correcto lo que se había recibido.

3.3.2. Pulido de fibra óptica

Para pulir fibra óptica es muy común el uso de pulidoras para realizarlo de forma mecánica. Con esta parte del proyecto se trata de comprobar la viabilidad del pulido manual, consiguiendo de esta forma un ahorro económico importante al no tener que realizar un gasto comprando una pulidora.

→ Condiciones necesarias:

Para que el pulido sea uniforme se necesita que la fibra esté fija, con lo que es necesario encontrar una forma para conseguirlo. También es preferible que la fibra esté libre de cualquier recubrimiento para que el tiempo de pulido necesario para acercarse al núcleo sea menor que si posee alguno. Una vez conseguido esto se pasa a pulir la fibra.

La Figura 40 muestra el diagrama de bloques del proceso global.

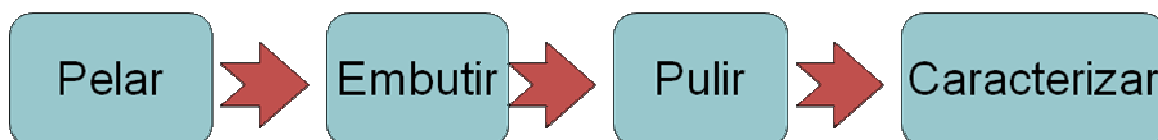


Figura 40. Diagrama de bloques del proceso necesario para obtener fibra óptica pulida lateralmente.

Con estas condiciones se pasan a describen los pasos necesarios para conseguir fibra pulida lateralmente:

→ **Procedimiento:**

- ***Pelar la fibra:***

La fibra monomodo utilizada tiene varias cubiertas como se puede observar en la figura siguiente.

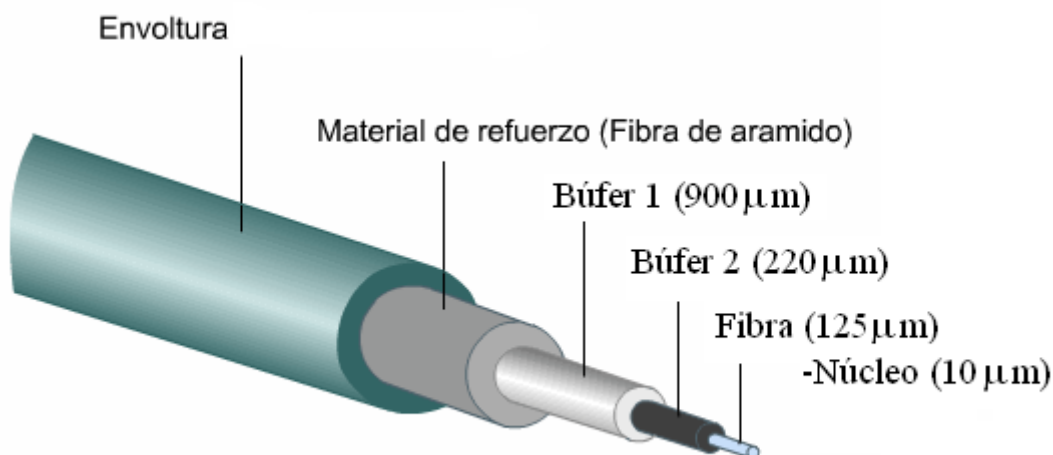


Figura 41. Partes de la fibra óptica monomodo.

La envoltura y el material de refuerzo son muy fáciles de desprender. Bajo estas capas se encuentran dos envolturas, cuya eliminación es complicada al quererlo hacer en el centro de la fibra y no en un extremo, donde con herramientas adecuadas se realiza de manera sencilla. Se prueban varios métodos para intentar eliminar este revestimiento consiguiendo así estar más próximos al núcleo a la hora de pulir. Se realizan también muestras sin pelar para comprobar la diferencia entre ambos.

1- Mediante solución piraña:

La solución piraña es una disolución acuosa obtenida con la mezcla de agua oxigenada (H_2O_2) con ácido sulfúrico (H_2SO_4). Se utiliza para limpiar materiales, sobre todo vidrios, pues ataca agresivamente a plásticos y componentes orgánicos. La proporción más utilizada de esta disolución es de 2 a 1 de H_2SO_4 frente a H_2O_2 .

Antes de trabajar con ella hay que tomar todas las medidas de seguridad necesarias para su manipulación.

La mezcla se lleva a cabo en un vaso de precipitados, y se realizan varias pruebas, primero sumergiendo sólo un extremo, y después la parte central, probando diferentes proporciones de la mezcla.

A la muestra que está sólo sumergida el extremo le cuesta 5 minutos retirar por completo ambas capas, sin embargo, en las muestras que se colocan de tal forma que entra en contacto la parte central les cuesta más tiempo. Esto puede deberse a que en el extremo de la fibra, al haber un corte, la solución se introduzca entre las separaciones de las diferentes capas consiguiendo así una corrosión mayor, cosa que en el caso de la

parte central de la fibra no ocurre ya que empieza a eliminar la segunda protección cuando ha eliminado por completo la primera.

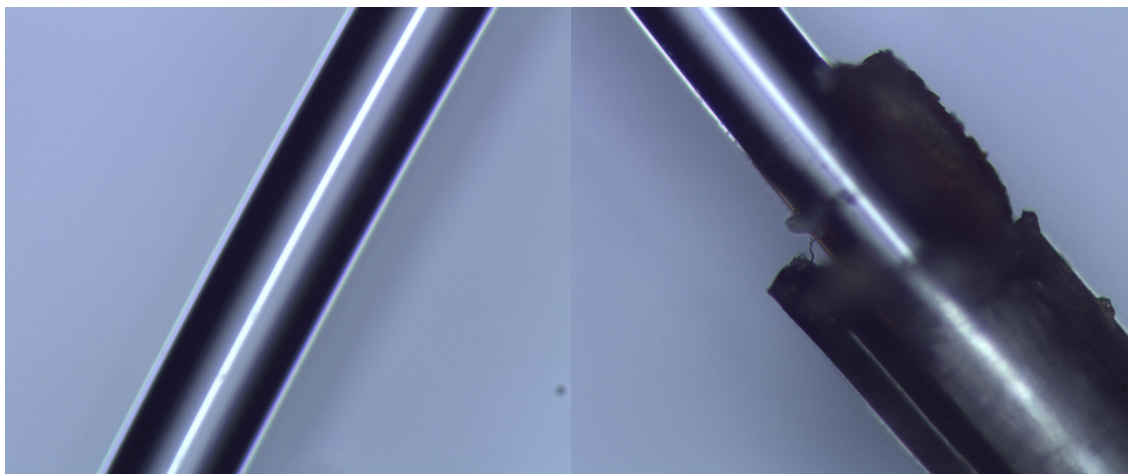


Figura42. Fibra desprovista de cubierta mediante solución piraña. Centro de la fibra a la izquierda y extremo de la zona pelada a la derecha.

Se realizan también pruebas con diferentes proporciones de mezcla, 3 a 2 y 3 a 1, consiguiendo una corrosión mucho mayor en el caso de mayor cantidad de agua oxigenada y no pudiendo eliminar las envolturas cuando disminuye esta cantidad.

Una vez desprovistas las fibras de cubierta se comprueba que son extremadamente frágiles, rompiéndose en la mayoría de los casos, ya que queda al descubierto demasiada longitud de fibra con un grosor de $125\mu\text{m}$. Esta longitud no se puede reducir puesto que para sumergir las fibras en la disolución de forma que la menor longitud posible de fibra esté en contacto con la solución es necesario curvar mucho la fibra, rompiéndose al ser desprovista de los recubrimientos. Por lo tanto, este método no es el más aconsejable debido a su alta fragilidad a la hora de manipular la fibra ya desprovista de las protecciones.

2- Mediante ácido sulfúrico:

Antes de trabajar con él hay que tomar todas las medidas de seguridad necesarias para su manipulación.

El contacto con el ácido sulfúrico se realiza de la misma forma que en el caso de la solución piraña, introduciendo en un vaso de precipitados, e igualmente, la zona sumergida es demasiado grande para no doblar mucho la fibra.

A simple vista, nada más introducir las fibras, no parece que tenga lugar ninguna reacción. Sin embargo, tras una reacción lenta, se observa que a la media hora se ha retirado la primera envoltura. Transcurrido algo más de una hora se eliminan por completo ambas capas, quedando al descubierto solamente la fibra óptica.

Con este procedimiento también se obtiene una fibra excesivamente frágil, y su manipulación es muy complicada sin que se produzca la rotura.

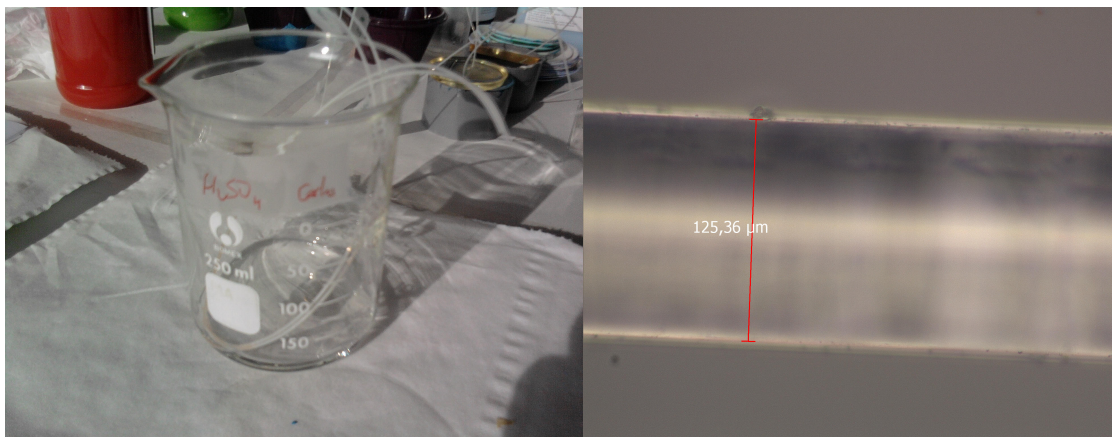


Figura 43. Vaso de precipitados con H_2SO_4 y fibra tras su inmersión en él.

3- Mediante acetona y cúter:

Se introduce en un plato de cerámica la parte central de las fibras sumergidas en acetona, consiguiendo de esta forma reblandecer las capas protectoras. Tras media hora de contacto, se pasa a eliminar mediante un cúter ambas envolturas, y se comprueba que es complicado no romper la fibra, pues al realizar el corte se provoca una tensión en la dirección del corte.

Una variación de este método consiste en eliminar sólo la mitad de las envolturas, dejando al aire una parte de la fibra, consiguiendo menor fragilidad para su manipulación. El mayor problema de esta solución es tener que colocar esta zona en la parte externa al realizar el embutido en resina. En caso de no conseguirlo, al pulir se debería retirar primero estas protecciones, con lo que no se habría ganado nada de tiempo en el proceso.

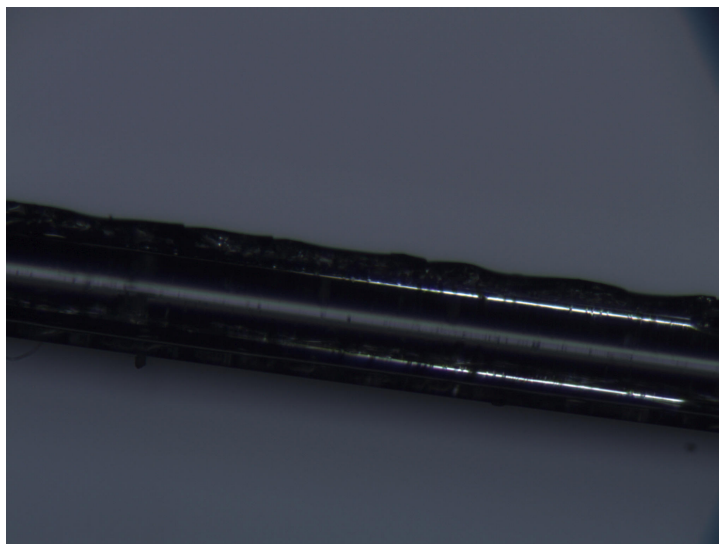


Figura 44. Fibra pelada con cúter.

4- Mediante Disolvente X:

El Disolvente X es un disolvente universal especialmente indicado para eliminar restos de pintura en brochas, rodillos y demás utensilios. En el marco de este proyecto se utiliza para intentar reblandecer las envolturas.

De la misma forma que con la acetona, se vierte el disolvente en un plato de cerámica, y en él se introduce la zona central de las fibras. Tras 5 horas no se consigue eliminar las capas protectoras, ni intentado su desprendimiento aplicando tensión manualmente. Se descarta la utilización de un cúter como en el caso de la acetona, ya que no se observa un ablandamiento del plástico, con lo que la tensión creada sería aún mayor que en el caso de la acetona.



Figura 45. Recipiente con Disolvente X.

5- Mediante decapante de calor:

El decapante de calor es una pistola de aire caliente, la cual consta de dos posiciones, la primera con una temperatura de 60°C, y la segunda, que es la que se va a utilizar, alcanza los 600°C. Consta de dos boquillas, una de forma redondeada y la otra con forma más alargada.

Se coloca la fibra en un soporte de metal, como en la Figura 47, y con la parte central despejada y preparada para la aplicación del aire caliente. Se apunta la pistola, con la boquilla de forma estirada hacia el centro de la fibra óptica, y con la posición 2 a 600°C. Tras 30 segundos se ha eliminado por completo la primera cubierta, dejando intacta la segunda, consiguiendo de esta forma una distancia mucho menor que eliminar a la hora de pulir, pero a su vez, menos fragilidad que en el caso de eliminar ambas cubiertas, con lo que la manipulación a la hora de embutir la fibra óptica en resina será más sencilla.

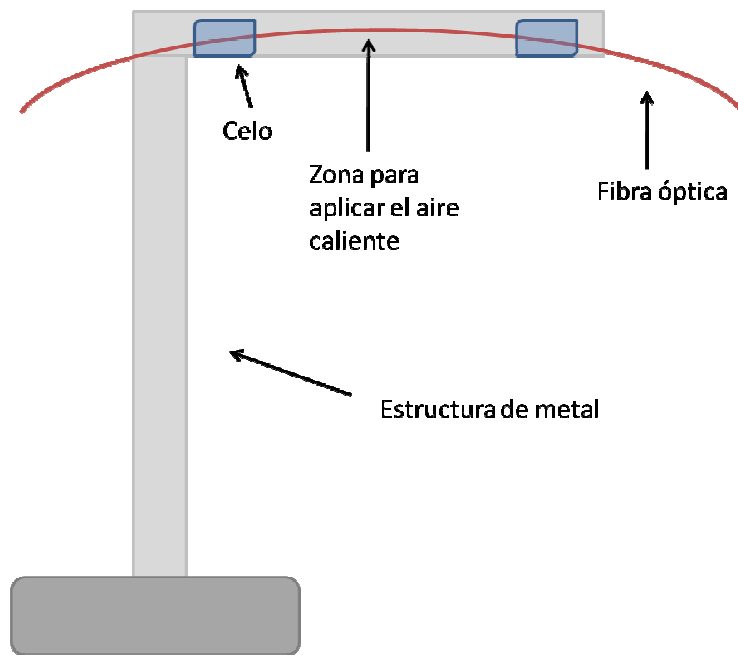


Figura 46. Estructura para aplicar decapante de calor.

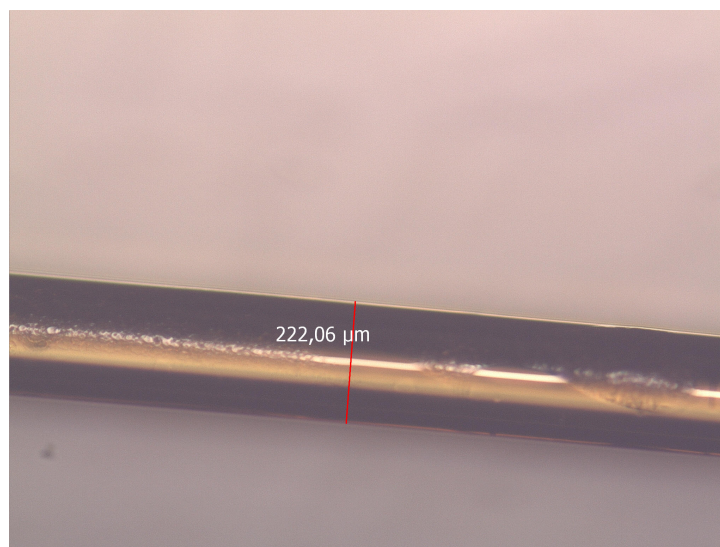


Figura 47. Fibra óptica tras la aplicación del decapante de calor.

Los datos experimentales se muestran en el ANEXO I.

- ***Embutir la fibra en resina:***

Es necesario conseguir que la fibra óptica esté siempre en la misma posición a la hora de pulir para así conseguir que el pulido se aplique siempre sobre la misma zona de manera más o menos uniforme, y también que la zona a pulir esté fija para que con los movimientos del pulido no se rompa debido a su fragilidad. El método que se utiliza es el embutido de la fibra en resina, que consiste en conseguir crear un bloque de resina, en el que la fibra se encuentre en su interior y con la parte central en contacto con el exterior en una de las caras del bloque para conseguir pulirla.

Se utilizan para ellos dos tipos de resina, una de curado rápido y otra de curado lento. La resina de curado rápido es Varidur 3000, con un tiempo de solidificación de 10

minutos. La resina de curado lento es Epo-Thin, que tarda en solidificar 9 horas. Ambos productos son proporcionados por la empresa Buheler.

Para que la fibra óptica quede curva, y sólo quede expuesta para el pulido parte de la zona central de la misma, es necesario utilizar un molde. El molde curvo necesario para ello se consigue con un balón pequeño de plástico, cortándolo en círculos, de forma que se consiguen moldes iguales con una misma curvatura.



Figura 48. Resinas EpoThin y Varidur 3000.

Se realizan varias combinaciones diferentes:

1- Dos moldes, uno curvo con Epo-Thin y un trozo de tubo rígido con Varidur 3000:

Se coloca en el centro del molde la fibra óptica, sujeta con celo para que haga presión hacia abajo y la resina, al solidificarse, no haga que la fibra suba y deje de tener una zona expuesta al exterior, con el correspondiente aumento del tiempo necesario en el pulido. Se vierte Epo-Thin, con una proporción de 100-39 de resina frente a endurecedor (hardener). Tras 9 horas mínimas de curado, se puede retirar el molde fácilmente, pues es flexible. De esta forma se consigue una curvatura idéntica para todas las fibras.

Tras conseguir que la fibra esté curvada y fija, se introduce el molde en un trozo de tubo de PVC rígido, con la abertura inferior taponada en este caso con un plástico que no deje fugas, y las paredes untadas con vaselina o aceite para que el desmoldeo sea posible.

Se realiza la mezcla de resina Varidur 3000 con su endurecedor en proporción 2:1 y se vierte en el tubo. Tras 10 minutos la resina se ha endurecido.

El desmoldeo es muy complicado, pues aún con las paredes del tubo deslizantes, no sale con facilidad, y hay que darle golpes para conseguirlo, consiguiendo de esta forma que el molde se rompa fácilmente.

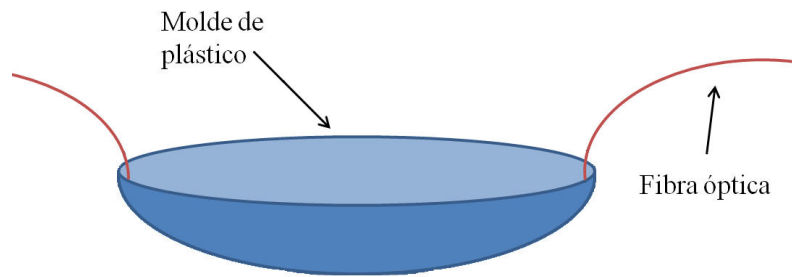


Figura 49. Primer molde de resina EpoThin.

2- Dos moldes, uno curvo con Varidur 3000 y un trozo de tubo rígido con Varidur 3000:

Para ganar tiempo se realizan ambos embutidos con la resina Varidur 3000, ya que en 10 minutos para cada parte es suficiente. Se realizan los dos moldes de forma análoga al caso anterior.

Este procedimiento presenta otro problema, y es que, al tratarse de una resina de curado rápido, ésta produce mucho calor en la solidificación, pues se produce una contracción rápida de la resina, lo que puede hacer que con estas tensiones la fibra óptica se rompa en el proceso. Así pues, el primer moldeo no se puede realizar con resina de curado rápido. El segundo sí es posible, pues la parte de la fibra que entra en contacto con la resina Varidur 3000 está protegida por la cubierta.

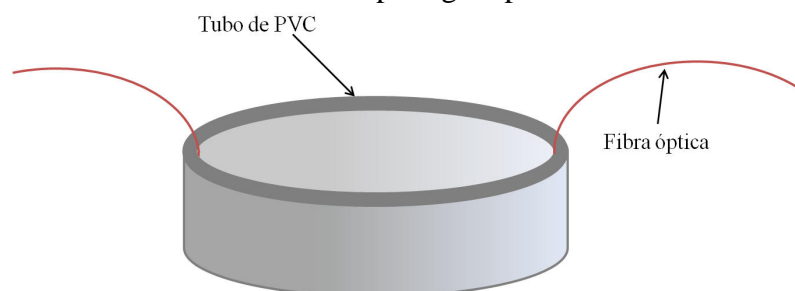


Figura 50. Segundo molde. Tubo de PVC.

3- Dos moldes, uno curvo con Epo-Thin y un molde de silicona con Epo-Thin:

Se busca un recipiente para el segundo embutido que no sea rígido para que el desmolde sea posible con facilidad. Se utiliza entonces un molde de silicona, de los que se utilizan en repostería para introducir en el horno.

El primer molde se realiza de la misma forma que los casos anteriores, con Epo-Thin en proporción 100-39, y se desmolda tras 9 horas.

Se introduce entonces el molde curvado dentro del recipiente de silicona, y se sujeta la fibra a las paredes del mismo con celo para que haga presión hacia abajo. Se vierte el Epo-Thin, y tras endurecerse pasadas 9 horas se desmolda con mucha facilidad al ser el recipiente flexible.

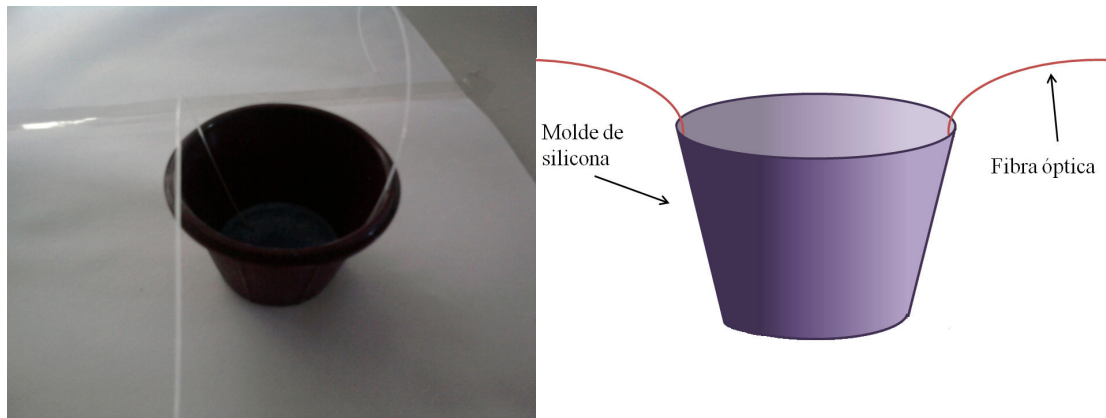


Figura 51. Segundo molde. Molde de silicona.

4- Un molde de silicona con Epo-Thin:

Para ahorrar tiempo se puede utilizar un solo embutido, ya que el recipiente de silicona tiene los laterales inclinados, se puede colocar la fibra con celo directamente y que quede de forma curvada.

Se vierte la resina Epo-Thin y se deja solidificar, y se desmolda, obteniendo la muestra.

La ventaja de realizarlo de esta forma es el ahorro de tiempo, ya que sólo se realiza un embutido. No obstante esta alternativa tiene un problema añadido, y es que la curvatura de las fibras no será exactamente igual, con lo que a la hora de pulir, la zona pulida diferirá de unas muestras a otras, teniendo diferentes longitudes, por lo que la superficie de detección variará de una muestra a otra, dejando de ser un procedimiento reproducible.

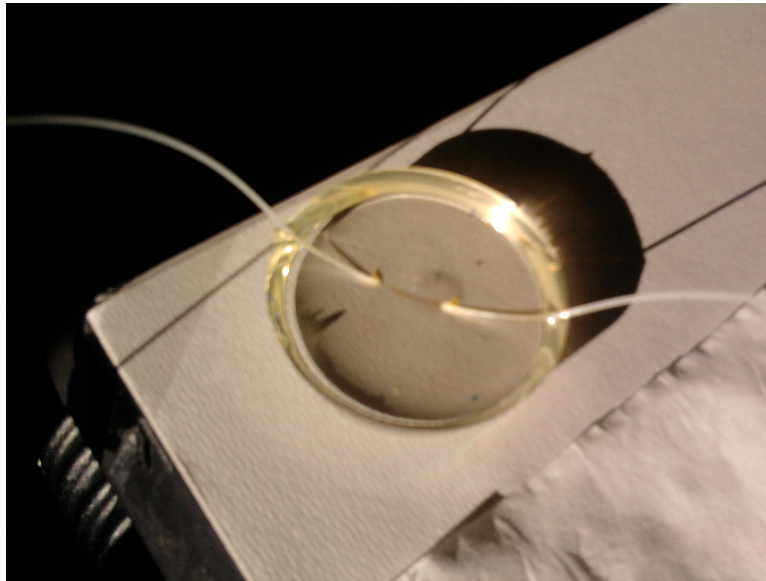


Figura 52. Fibra óptica pulida lateralmente embutida en resina.

- ***Pulir fibra:***

Se estudia la forma de pulir fibra de forma manual, para comprobar si es una manera viable o es necesario un pulido mediante una pulidora si se desea obtener buenos resultados.

1- Mediante lijas:

El primer procedimiento que se realiza es mediante lijas, ya que es el más barato, al poder encontrarse estas en muchos comercios.

En los casos de muestras sin pelar se utiliza la lija de grano grande, para pulir más rápidamente, pero no se consigue llegar a la fibra, ya que la distancia hasta el núcleo es demasiado grande (casi 450µm) y la lija acaba gastándose.

En los casos en los que la fibra ya está pelada se utiliza lija de grano pequeño, pero también se termina gastando.

Esta forma de actuar puliendo la fibra no es la adecuada, ya que el grano de la lija en ambos casos es demasiado grande, y una ralladura de la misma en la fibra provoca su ruptura.

2- Mediante pasta de diamante y soluciones de diamante:

Para pulir con diamante se dispone de los siguientes materiales de Buheler:

- Pasta de diamante artificial “METADI II” de BUEHLER 9 µm.
- Pasta de diamante artificial “METADI II” de BUEHLER 3 µm.
- Suspensión de diamante “METADI”, base agua, BUEHLER 9 µm.
- Suspensión de diamante “METADI”, base agua, BUEHLER 3 µm.
- Paños de pulido TEXMET 1500 de “BUEHLER”, dorso adhesivo, de 203 mm Ø.

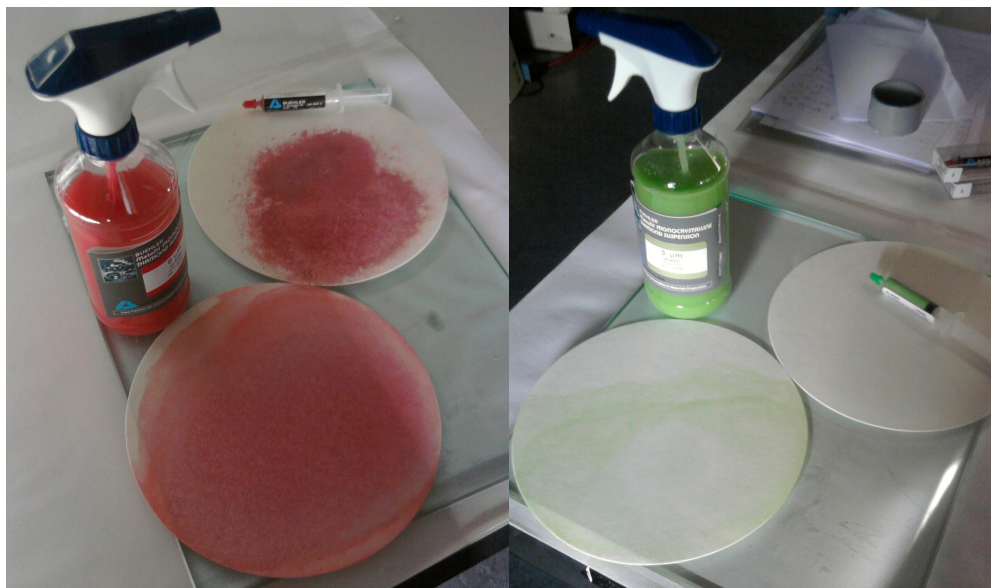


Figura 53. Materiales para el pulido. En rojo los productos de 9 μm . En verde los productos de 3 μm .

Actualmente la pasta de diamante está en desuso desde que aparecieron las suspensiones de diamante, que son mucho más baratas y cómodas de utilizar.

El procedimiento del pulido es el siguiente:

Se colocan los paños de pulido sobre superficies perfectamente planas (por ejemplo cristales), tantos paños como disoluciones o pastas de diamante se vayan a utilizar, para que no afecten unos a otros ya que no se conseguiría el pulido uniforme deseado.

Se deposita la pasta de diamante o la suspensión de diamante en uno de los paños de pulido. Primero se empieza a pulir con los de diamante de mayor tamaño, de 9 μm , para avanzar rápidamente, y al acercarse a la zona de la fibra donde se encuentra el campo evanescente, que está sobre los 3 μm del núcleo, se pasa a pulir con el diamante de menor tamaño, 3 μm .

El pulido debe realizarse mediante el deslizamiento en forma de ochos, del molde de resina que contiene a la fibra sobre el paño de pulido, para así evitar que las ralladuras se den en una sola dirección, consiguiendo que el pulido sea uniforme en todos los sentidos posibles.

Cada cierto tiempo puliendo, por ejemplo 15 minutos, se mira al microscopio para comprobar el avance del pulido, y una vez que se está acercando a la zona del campo evanescente se cambia al tamaño de diamante menor, de 3 μm , para avanzar más lentamente e intentar evitar romper la fibra.

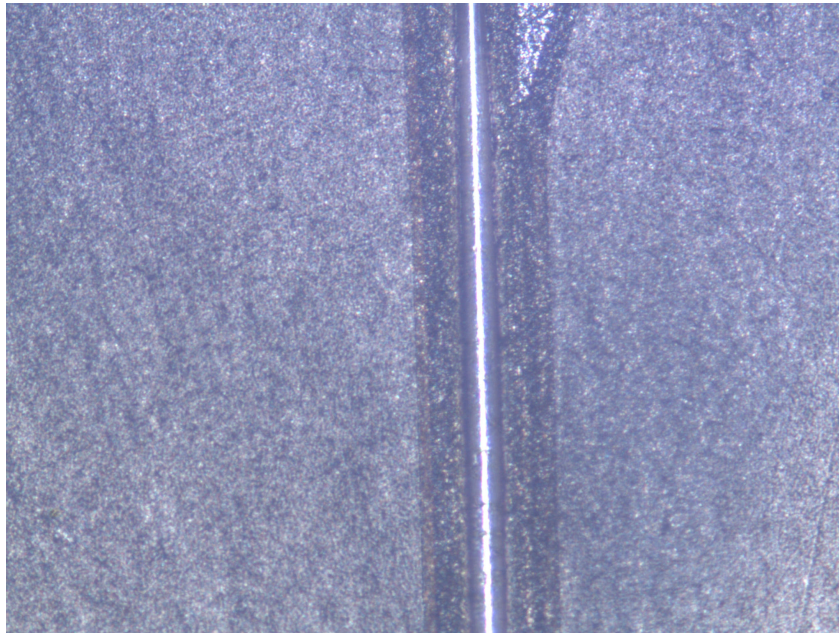


Figura 54. Fibra tras 5 minutos de pulido.

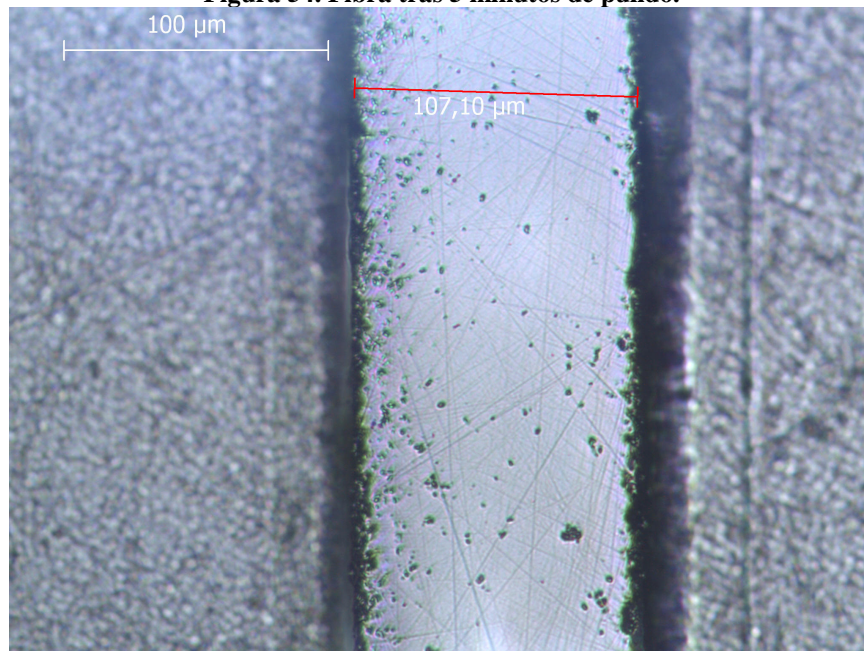


Figura 55. Fibra tras 45 minutos de pulido.

Cuando se llega al campo evanescente, que está a unos 3 μm del núcleo, o lo que es lo mismo, a unos 8 μm del centro de la fibra, se procede al conectorizado de la fibra, mediante el empalme de conexiones FC a ambos extremos para poder comprobar que se ha llegado a este campo. Se realizará el test del aceite (oil drop test, [24]) para comprobar que se ha llegado a la zona del campo evanescente, observando una pérdida de potencia a la salida al colocar una gota de glicerina sobre la muestra pulida.

Una vez que se ha conseguido acceder al campo evanescente se deja de pulir y se procede a la caracterización de la fibra mediante aceites con diferentes índices de refracción, obteniendo así la gráfica de la ganancia en función del índice de refracción.

→ Resultado y problemas:

Durante la realización de este proyecto no se ha conseguido llegar al campo evanescente puliendo de manera manual, debido principalmente a los siguientes inconvenientes:

- El desproveer a las fibras de parte de sus cubiertas las hace excesivamente frágiles, lo que conlleva la ruptura en muchos casos al manipularlas.
- Sí sólo se realiza el segundo embutido, no se consigue la misma curvatura de la fibra en todas las muestras, con lo que al pulir, la superficie pulida variará de una muestra a otra, evitando la reproductibilidad de las muestras.
- Al pulir de manera manual, la presión ejercida no es constante, así como la velocidad del pulido, de manera que todas las fibras, al llegar muy cerca del núcleo acaban partiéndose por exceso de presión o velocidad de pulido.
- Si se procede con menor presión, la duración del pulido aumenta sobremanera, llegando a alcanzar los 400 minutos hasta llegar cerca del núcleo.
- En los casos de las muestras con fibra óptica a la que no se le ha eliminado las protecciones el tiempo de pulido es demasiado grande, no llegando si quiera a la fibra tras mucho tiempo puliendo.
- Al tener que realizar el pulido de manera manual se requieren momentos de descanso o paros de un día a otro, en los cuales pueden depositarse impurezas en el paño de pulido, haciendo que al retomar el pulido haya posibilidades de que esas impurezas lo empeoren hasta conseguir la ruptura de la fibra.

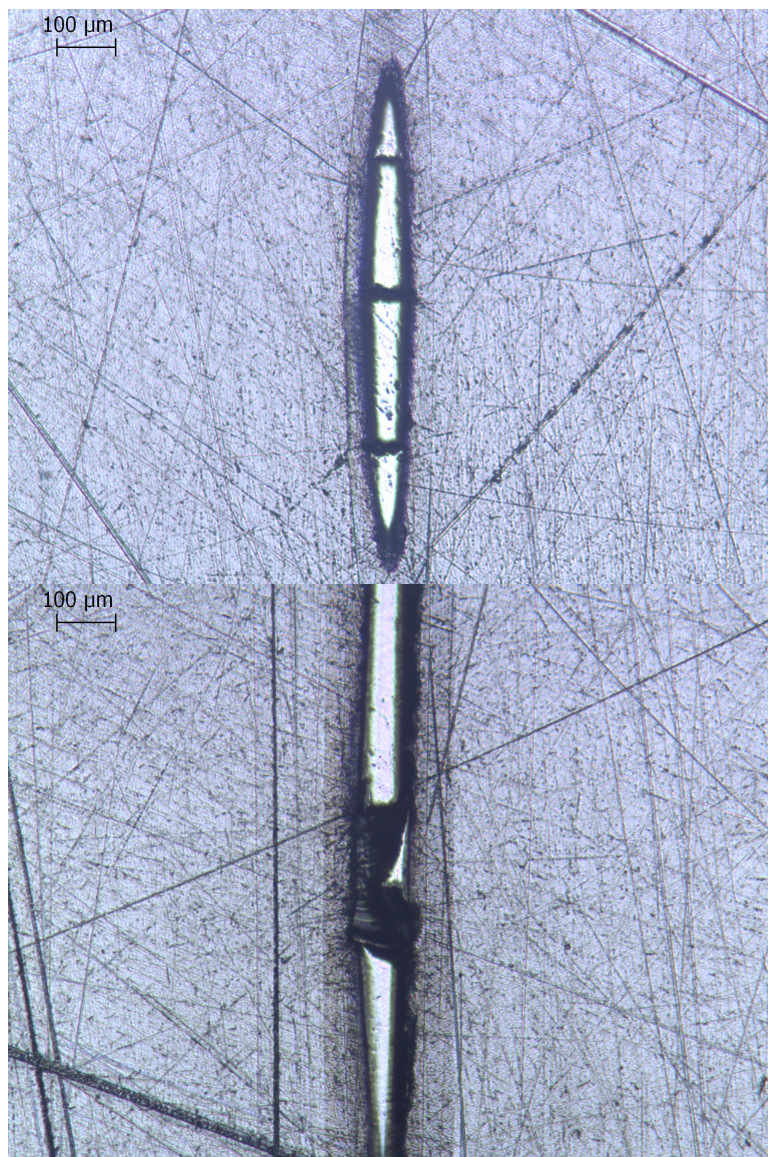


Figura 56. Ejemplo de rotura de la fibra durante el pulido.

En ANEXO I se muestran las diferentes tablas con los pelados de las fibras, el embutido de las mismas, así como su tiempo de pulido y resultado.

→ Conclusiones:

Para conseguir fibra pulida lateralmente, si no se dispone de una pulidora mecánica al menos, ya que el pulido tampoco es fácil, es necesario abastecerse de ella mediante una empresa que sí la produzca, ya que el pulido manual es muy inestable e impreciso, haciendo la reproductibilidad de las muestras casi imposible, debido a las diferencias en la curvatura de la fibra al embutirla en resina que harán que la superficie pulida varíe de una muestra a otra, así como la dificultad para conseguir no romperlas debido a la variabilidad de la presión del pulido y de la velocidad del mismo.

3.3.3 Caracterización de la fibra óptica pulida lateralmente

Tras meses intentando conseguir realizar el pulido de la fibra óptica sin éxito se reciben las fibras pulidas lateralmente solicitadas a la empresa Phoenix Photonics.

Las fibras vienen en cajas de cartón perfectamente sujetas para su transporte, con zona pulida sobre un portamuestras y totalmente al descubierto, sin ningún tipo de recubrimiento que las sujete, lo que hace que sean muy frágiles. Se pueden observar en la Figura 57.

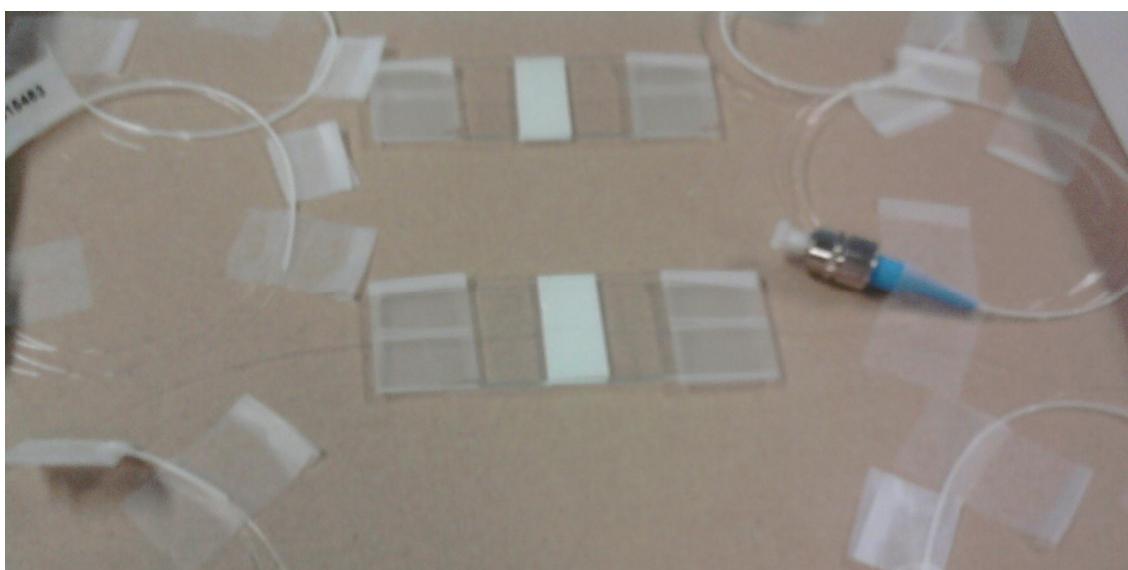


Figura 57. Embalaje de la fibra óptica pulida lateralmente.

Lo primero que se realiza es una comprobación visual al microscopio, donde se comprueba que es muy complicado ver la zona pulida, ya que al ser el material del revestimiento y el del núcleo el mismo no se ve variación alguna, por lo que para observar el cambio nos tenemos que acercar a los extremos del pulido, donde se observa un estrechamiento que correspondería al inicio el mismo.

Un experimento inicial para comprobar que se ha accedido al campo evanescente de la fibra consiste en el Drop Test [24] de manera que, conectada al generador de longitudes de onda, se deposita una gota de glicerina, cuyo índice de refracción es 1.47, y se observa si hay variación de potencia a la salida. Se comprueba, que a 1300nm de longitud de onda, se pasa de -8dBm de potencia a la salida a -80dBm, con lo que la disminución es más que notable, casi pudiendo considerar que ya no deja pasar potencia, por lo que en una primera aproximación estas fibras ópticas pulidas lateralmente son excesivamente sensibles.

Para limpiar de glicerina la fibra sobre el porta muestras se utiliza alcohol en primera instancia y después agua, comprobando que debido a que la fibra está pegada al

portamuestras esta es muy difícil de limpiar en su totalidad, por lo que hay que buscar una forma de mantenerla fija pero completamente al aire.

Una posible solución es, mediante una hoja de plástico (como una transparencia) se recorta en forma de U y se coloca la parte pulida de la fibra entre los dos extremos, sujetándola a estos, con lo que ahora la fibra está fija, evitando que se parta con la manipulación de la misma, como se muestra en la Figura 58, y de esta forma se consigue limpiar de manera sencilla y segura sumergiéndola en alcohol pasándole después suavemente un papel.

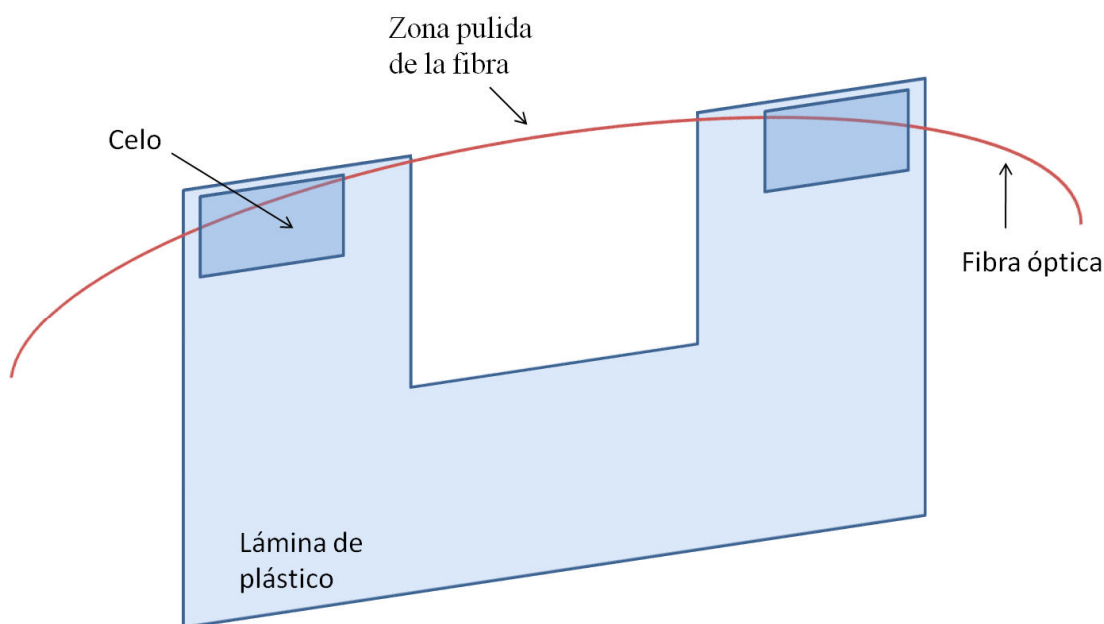


Figura 58. Soporte para poder limpiar la fibra óptica pulida lateralmente.

Una vez solucionado el problema de la limpieza se pasa a realizar diferentes medidas para comprobar su respuesta.

→ Espectro:

La primera de las mediciones consiste en introducir luz blanca mediante una fuente de luz halógena (Ocean Optics Inc. DH2000S), y observar el espectro a la salida mediante un analizador de espectros. Se poseen dos detectores diferentes, uno para bajas longitudes de onda (Ocean Optics Inc. USB2000 en el rango de 370nm – 1050nm) y otro para altas longitudes de onda (Hewlett-Packard HP70951B en el rango de 860nm - 1720nm), cubriendo entre ambos, el espectro visible y parte del infrarrojo.

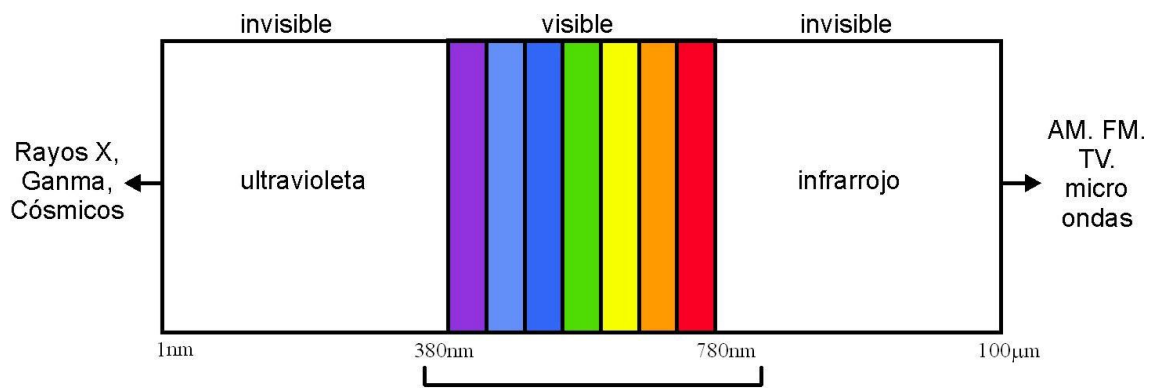


Figura 59. Espectro cubierto con los detectores.

En las Figuras 60 y 61 se observan los espectros a bajas y altas longitudes de onda de la fibra óptica pulida lateralmente.

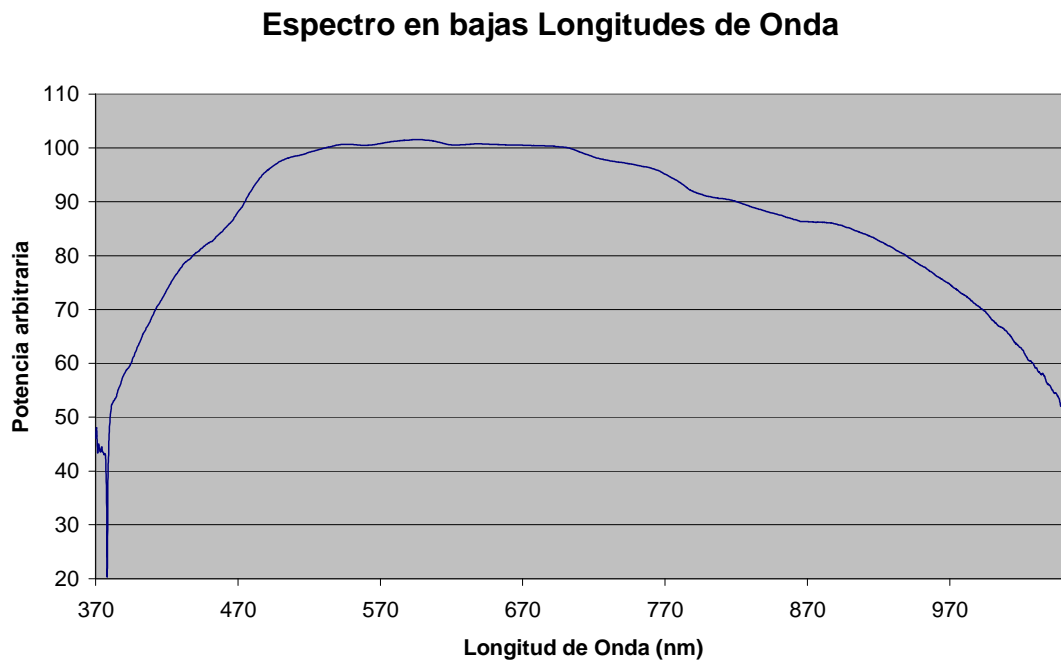


Figura 60. Espectro de la fibra óptica pulida lateralmente a bajas longitudes de onda.

Espectro en altas Longitudes de Onda

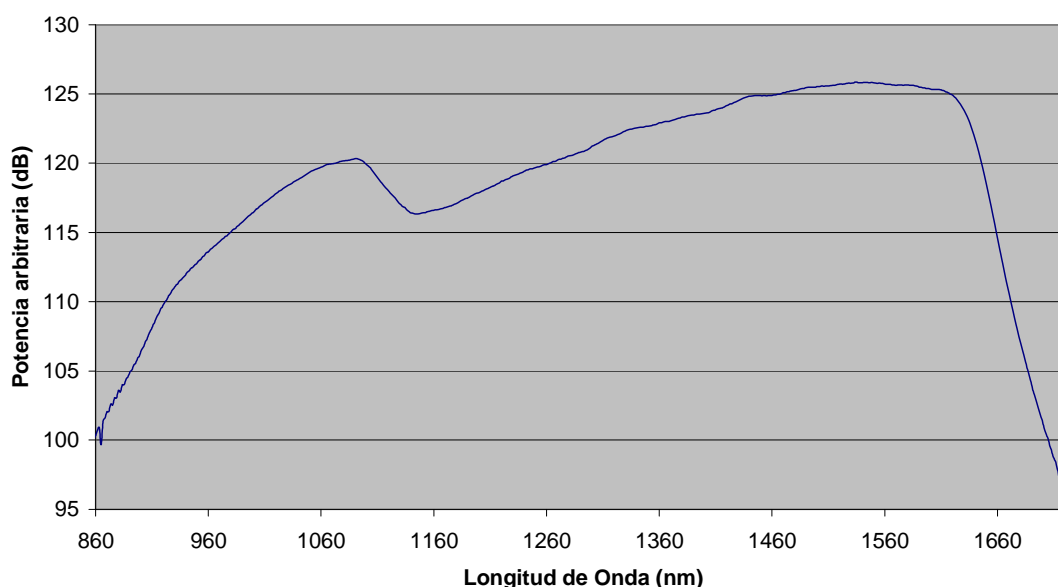


Figura 61. Espectro de la fibra óptica pulida lateralmente a altas longitudes de onda.

Estos espectros sólo nos darían información de en qué rangos de longitudes de onda la potencia es casi constante, pero al no tener información de la forma espectral del emisor de luz blanca, y de la forma de detección de los detectores, los espectros no serán correctos. Tampoco se posee la potencia exacta, siendo esta una potencia arbitraria. Por todo ello, el estudio debe realizarse de manera diferencial, donde al observar la variación de la potencia en valores concretos sí se obtendrán valores fiables.

→ Pérdidas de inserción:

Estas pérdidas consisten en la diferencia de potencia que ocurre al introducir una variación en la fibra óptica, en este caso, pulir la parte central de la fibra.

Para calcular estas pérdidas hace falta comparar con una fibra óptica, de las mismas características. Como no se posee un latiguillo de fibra igual, se utiliza una de las fibras ópticas pulidas que se ha roto (muestra 1) y se realiza un empalme, consiguiendo la fibra óptica para comparar.

Se procede mediante la emisión de 3 longitudes de onda diferentes, comparando con 2 muestras (muestras 3 y 4) la variación de la potencia. Se pueden ver los datos en la Tabla 3:

Muestra	Potencia (dBm) a diferentes longitudes de onda (Fuentes láser)		
	1550 nm	1300 nm	630 nm
1 (empalme)	-7,71	-7,33	-6,25
3	-7,67	-7,01	-7,20
4	-7,62	-7,31	-7,88

Muestra	Pérdidas de Inserción (dB)		
	1550 nm	1300 nm	630 nm
3	0,04	0,32	-0,98
4	0,09	0,02	-1,63

Tabla 3. Pérdidas de Inserción.

La diferencia en los casos de 1550 nm y 1300 nm es positiva, lo que indica que el pulido de la fibra conlleva menos pérdidas que realizar un empalme a la misma, lo cual tiene sentido, pues según la curva de ganancia para los diferentes índices de refracción del medio adyacente al pulido, para índices de refracción menores a los de la fibra, (en este caso, aire de índice 1) la variación teóricamente es nula. En el caso de la longitud de onda de 630nm, la diferencia es negativa, y estas pérdidas pueden deberse a que ahora no se transmite un solo modo, por lo que el campo evanescente ‘fuera’ de la fibra es mayor, lo que puede conllevar un incremento de las pérdidas. En ninguno de los casos eso sí la diferencia es significativa, por lo que se puede considerar que las pérdidas de inserción son casi nulas.

→ Sensibilidad:

La sensibilidad indica la variación de la potencia de salida según el índice de refracción del medio colindante a la zona pulida. Los índices de refracción se consiguen con la deposición de aceites calibrados con diferentes índices de refracción, como se puede ver en la Figura 62:



Figura 62. Aceites de calibración con diferentes índices de refracción.

- Variación del espectro frente al índice de refracción:

Como primera comprobación se realiza el estudio del espectro a bajas longitudes de onda variando los índices de refracción de la superficie pulida en el intervalo 1.4 y 1.64. El procedimiento consiste en cubrir con uno de los aceites la totalidad de la zona pulida, ya que debido a la tensión superficial no se puede actuar en una sola zona, y tomar las medidas necesarias. Tras ello se procede a la limpieza de la fibra introduciéndola en alcohol y secándola con un papel suave, preparándola para la siguiente medida, donde se tomará otro de los aceites con diferente índice de refracción. Se repite el proceso con todos los índices de refracción deseados.

En la Figura 63 se muestra los diferentes espectros para cada medida con variación del índice de refracción.

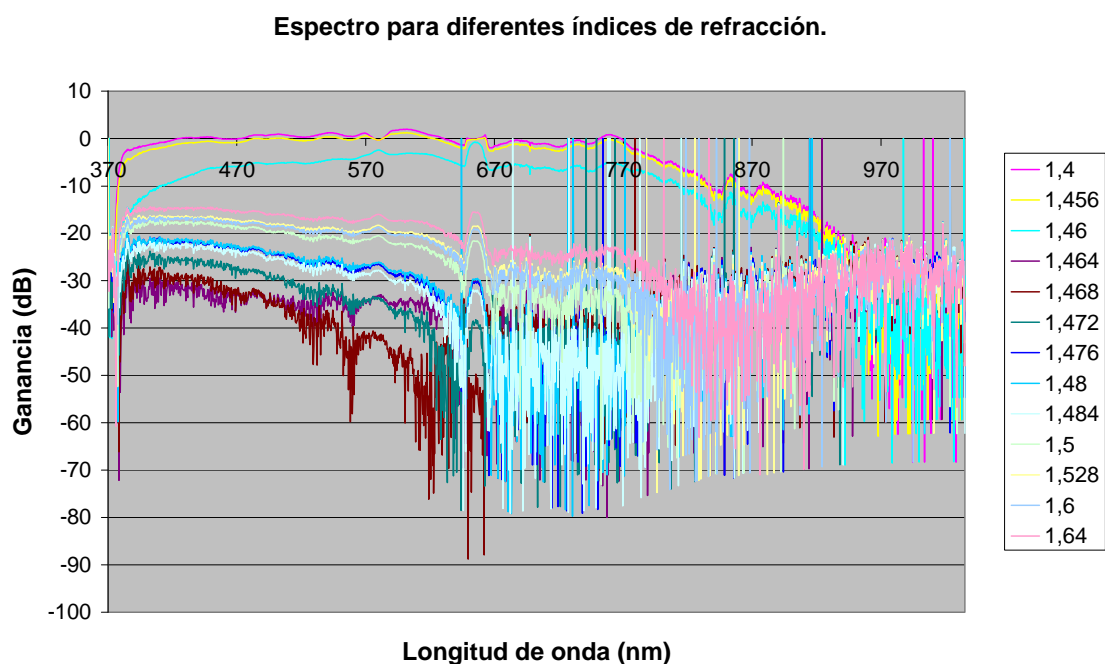


Figura 63. Variación de la ganancia para diferentes índices de refracción respecto a la longitud de onda.

Destaca la poca resolución a bajas ganancias, esto se debe a que la potencia obtenida es tan baja que el detector no consigue dar los valores correctos, bailando estos datos entre potencias casi nulas. Este tipo de estudio no nos aporta en principio ninguna información, ya que al caer la potencia cuando el índice de refracción se iguala al de la fibra, los datos obtenidos no terminan de ser coherentes.

- Variación de la ganancia para diferentes longitudes de onda según el índice de refracción:

Para obtener unos datos más correctos se realiza el estudio de la misma variación de la potencia pero emitiendo en una sola longitud de onda, consiguiendo así mayor potencia de entrada y que el detector muestre valores menos ruidosos.

Se dispone de una fuente RIFOCS con tres láseres que emiten a 630 nm, 1300 nm y 1550 nm, y un detector RIFOCS (575L) calibrado a los valores 780 nm, 850 nm, 1300 nm y 1550 nm. Esta calibración significa que sólo se pueden obtener datos de potencia real emitiendo y detectando en esas longitudes de onda, pero en este caso, al interesar sólo la ganancia, la medición se puede realizar en cualquier caso, viendo la diferencia entre la fibra en contacto con el aire y en contacto con el aceite. La calibración del detector está realizada teniendo en cuenta la naturaleza del mismo, estando compuesto de un fotodiodo de InGaAs, cuyo funcionamiento se explica en el ANEXO II.

- Comparación sensibilidad a cada longitud de onda:

Para observar la sensibilidad, se eligen los valores medidos en el detector a 1300 nm (por el motivo que se ha explicado anteriormente). Se muestran en la Figura 65.

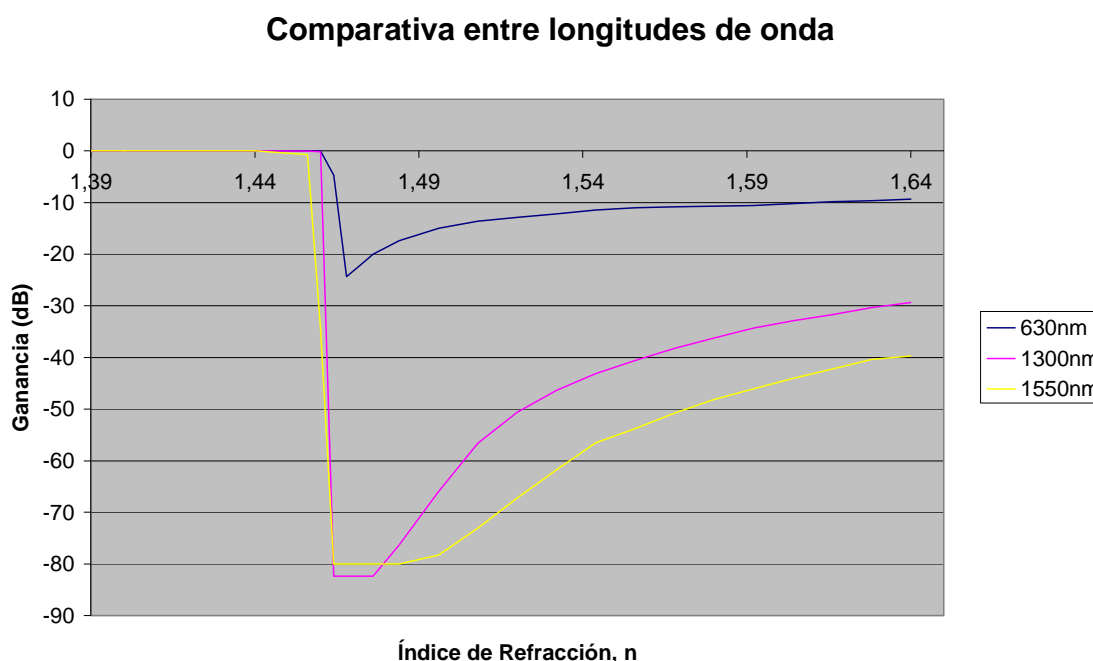


Figura 64. Comparativa de la respuesta en 630 nm, 1300 nm y 1550 nm, a la variación del índice de refracción.

Cualitativamente se comprueba como las tres respuestas son coherentes con lo estudiado teóricamente en el apartado 3.1.1 y concuerdan con las características aportadas por los fabricantes, como se muestra en la Figura (la del apartado de búsqueda de suministros). Para las tres frecuencias (longitudes de onda) se produce un mínimo (nulo en el caso de 1300 y 1550 nm) en la ganancia cuando el índice de refracción se iguala al de la fibra óptica, creciendo poco a poco cuando aumenta este índice.

En el caso de 1550 nm la ganancia es mucho menor que emitiendo a 1300 nm. Esto se debe a que, como se ha visto en la Figura (la de los monomodo), al transmitirse un solo modo, este está más confinado en el núcleo cuanto más cercana sea la longitud de onda a la de corte del segundo modo (a 1260 nm), por lo que a 1550 nm el modo está menos concentrado, siendo el campo evanescente mayor, causando una pérdida mayor de potencia como se observa en la Figura.

Por otro lado, a 630 nm la ganancia es mucho mayor, ya que en este caso se trata de transmisión multimodo, haciendo que cada modo tenga su propio campo evanescente, siendo en proporción menor que en el caso monomodo, por lo que las pérdidas al aumentar el índice de refracción son menores.

→ Conclusiones:

Las fibras adquiridas son excesivamente sensibles, dando lugar a valores que se pueden considerar cero en el caso de índices de refracción mayores pero cercanos al del núcleo, para longitudes de onda altas, donde la fibra se comporta como monomodo. Con estas magnitudes no se conseguirían datos muy fiables, por lo que es necesario conseguir disminuir la sensibilidad. Existen varias posibilidades:

- Que el líquido entre en contacto con una menor área de pulido, pero se comprueba que, al intentar colocar una mínima cantidad de aceite, debido a la tensión superficial del líquido, esta se distribuye por el resto del área, obteniendo de este modo datos no reproducibles, pues cada vez afectará al campo evanescente en una cantidad de superficie diferente.
- Conseguir reducir el área de pulido, mediante algún material que posea índice de refracción menor al de la fibra (para que no afecte a la ganancia).
- Volver a comprar fibra pulida lateralmente con una longitud de pulido menor, o disminuyendo la profundidad de pulido, consiguiendo de esta forma que la pérdida de ganancia no baje hasta niveles considerados nulos.

4 Conclusiones

Es muy interesante la combinación de la fibra óptica con la detección mediante el fenómeno físico de la resonancia de plasmón superficial. Se unen las características positivas de ambos.

La resonancia de plasmón superficial, gracias a la detección de las variaciones en el índice de refracción, aporta velocidad de detección, alta especificidad de la sustancia que se quiere detectar, alta sensibilidad y posibilidad de detección en tiempo real. La fibra óptica pulida lateralmente amplía aún más esta sensibilidad de detección, permitiendo una miniaturización de los sensores, así como la utilización de los mismos en medios poco accesibles.

La fabricación de estos dispositivos es muy costosa y compleja. Es recomendable conseguir de un suministrador la fibra pulida lateralmente, ya que el pulido manual de la misma se hace casi imposible. Esto es debido a las variaciones de presión y velocidad a la hora de pulir, por lo que la fibra óptica se rompe con facilidad durante el proceso. También se dificulta la reproductibilidad del proceso, por lo que la realización de sensores idénticos es muy complicada.

El tiempo de espera a recibir la fibra óptica pulida lateralmente de la empresa WT&T así como la dificultad del pulido manual de la misma, han hecho que este proyecto no haya podido avanzar más en la fabricación de los sensores de resonancia de plasmón superficial basados en fibra óptica pulida lateralmente.

Para la capa metálica se recomienda la deposición de una película delgada de oro, de unos 45 nm. El oro es fácil de depositar con espesores exactos, y es muy estable frente a los agentes externos, por lo que no necesita una protección adicional. También se consigue con él una alta sensibilidad en la curva de la resonancia de plasmón superficial por encima de otros metales.

La sensibilidad de la fibra óptica pulida lateralmente aumenta cuanto mayor sea el área de pulido, tanto por longitud como por la profundidad del mismo. Si esta sensibilidad es excesiva, llegando a no transmitirse nada de potencia, se deberá conseguir fibra óptica pulida lateralmente con menor longitud de pulido, o en su defecto con menor profundidad.

5 Bibliografía

- [1] Centro de Innovación en Agroalimentación; Centro de Innovación en Biotecnología, *Informe de vigilancia tecnológica sobre aplicación de biosensores al diagnóstico simultáneo de enfermedades infecciosas*, INTERAXN.
- [2] A. Montoya, *BIOSENSORES: fundamentos, desarrollo y aplicaciones*, escuela de ingeniería de Antioquia (julio 2008).
- [3] F. J. Garcia Vidal; L. Martín Moreno, *Plasmones Superficiales*, Investigación y Ciencia (octubre 2008) 66-76.
- [4] S.S. Bokatzian-Johnson, *Surface Plasmon Resonance: Principles and Applications*, Graduate Student Seminar Series, University of Alabama.
- [5] R. Slavík; J. Homola; J. Ctyroký, *Single-mode optical fiber surface plasmon resonance sensor*, Sensors and Actuators B 54 (1999) 74-79.
- [6] Dpto. Electrónica, Automática e Informática Industrial, *Optoelectrónica Transparencias Tema 2*, Universidad Politécnica de Madrid.
- [7] G. Keiser, *Optical Fiber Communications*, McGraw-Hill Science/Engineering/Math; 3rd edition (October 1, 1999).
- [8] J. R. Sendra Sendra, *Capítulo 1, Transmisión por guía-ondas*, Comunicaciones Ópticas I, Universidad de las Palmas de Gran Canaria.
- [9] P. A. de Carvalho Gomes, *Surface plasmon resonance as a tool in the functional analysis of an immunodominant site in foot-and-mouth disease virus*, University of Barcelona (2000).
- [10] J. Senosiain; I. Diaz; A. Gastón; J. Sevilla, *High Sensitivity Temperature Sensor Based on Side-Polished Optical Fiber*, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 50, no. 6, (december 2001) 1656-1660.
- [11] R. L. Earp Jr., *Multiwavelength Surface Plasmon Resonance Sensor Designs for Chemical and Biochemical Detection*, Dissertation submitted to the undersigned Virginia Polytechnic Institute and State University faculty in partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy In Chemistry.
- [12] H. A. Atwater, *The Promise of PLASMONICS*, Science American, Inc. (2007) 56-63.
- [13] L. M. Liz-Marzán, *Nanotecnología aplicada a las ciencias de la salud*, 8º Curso de BIOTECNOLOGÍA APLICADA, 87-97.
- [14] A. J. Tudos; R. B. M. Schasfoort, *Handbook of Surface Plasmon Resonance*, Royal Society of Chemistry, (2008) Chapter 1.
- [15] *Surface Plasmons*, INTEK (2008).
- [16] J. Homola; R. Slavik, *Fibre-optic sensor based on surface plasmon resonance*, ELECTRONICS LETTERS 29th February 1996 Vol. 32 No. 5, 480-482.
- [17] B. D. Gupta; R. K. Verma, *Surface Plasmon Resonance-Based Fiber Optic Sensors: Principle Probe Designs, and Some Applications*, Journal of Sensors Volume 2009, Article ID 979761, 12 pages.
- [18] J. Homola; S. S. Yee; G. Gauglitz, *Surface plasmons resonance sensors: review*, Sensors and Actuators B 54 (1999) 3-15.
- [19] M. A. Ordal et al., *Optical properties of the metals Al, Co, Cu, Au, Fe, Pb, Ni, Pd, Pt, Ag, Ti, and W in the infrared and far infrared*, APPLIED OPTICS Vol. 22, No. 7 (1 April 1983) 1099-1119.
- [20] M. Piliarik et al., *Surface plasmon resonance sensor based on a single-mode*

polarization-maintaining optical fiber SPR, Sensors and Actuators B 90 (2003) 236–242.

[21] G.V. Bektov et al., *Surface plasmon resonance spectroscopy: prospects of superstrate refractive index variation for separate extraction of molecular layer parameters*, Sensors and Actuators B 48, (1998) 432-438

[22] B. A. Snopok et al., *Optical biosensor based on the surface plasmon resonance phenomenon: optimization of the metal layer parameters*, Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics, V. 4, N. 1 (2001) 56-69.

[23] P. Englebienne; A. Van Hoonacker; M. Verhas, *Surface plasmon resonance: principles, methods and applications in biomedical sciences*, Spectroscopy 17 (2003) 255–273.

[24] O. G. Leminger; R. Zengerle, *Determination of Single-Mode Fiber Coupler Design Parameters from Loss Measurements*, JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, VOL. LT-3, NO. 4, (august 1985) 864-867.

ANEXO I

En este anexo se recogen las tablas de todas las pruebas realizadas para conseguir fibra óptica pulida lateralmente.

→ Pelado de la fibra:

Muestra (SMF) ⁽¹⁾	Método	Duración	Observaciones
P1	Solución Piraña 30mL 2/1 ⁽²⁾	5'	Punta sumergida. Pelado completo
P2	Solución Piraña 30mL 2/1	40'	Centro sumergido. Pelado y muy limpia.
P3.1 ⁽³⁾	Solución Piraña 30mL 2/1	20'	Se rompe al sacar.
P3.2	Solución Piraña 30mL 2/1	15'	Se rompe al sacar.
P4	Solución Piraña 30mL 2/1	60'	No se corroe del todo.
P5	Solución Piraña 30mL 2/1	30'	Se rompe.
P6.1	Solución Piraña 30mL 2/1	5'	No elimina cubierta exterior.
P6.2	Solución Piraña 30mL 2/1	10'	No elimina cubierta exterior pero empieza a filtrarse.
P6.3	Solución Piraña 30mL 2/1	15'	No elimina del todo la cubierta exterior.
P6.4	Solución Piraña 30mL 2/1	20'	Elimina primera cubierta pero no la segunda.
P6.5	Solución Piraña 30mL 2/1	25'	Elimina las dos cubiertas.
P6.6	Solución Piraña 30mL 2/1	30'	Elimina las dos cubiertas.
P7.1	Solución Piraña 25mL 3/2	10'	Se corroe mucho. Se rompe al moverla dentro. Cuanto más H ₂ O ₂ más corrosión.
P7.2	Solución Piraña 30mL 2/1	10'	Se corroe bien, se rompe al mirar al microscopio.
P7.3	Solución Piraña 20mL 3/1	10'	No se corroe. Necesita más H ₂ O ₂ para la reacción.
A1.1	Acetona y cúter	30'	Rota.
A1.2	Acetona y cúter	30'	Rota.
A1.3	Acetona y cúter	30'	Se retiran las cubiertas. Embutido N7.
A1.4	Acetona y cúter	30'	Se retiran las cubiertas. Embutido N6.
A1.5	Acetona y cúter	30'	Se retira las cubiertas. Rota.
A1.6	Acetona y cúter	30'	Rota.

A1.7	Acetona y cúter	30'	Se pela la mitad. Embutido N8.
A1.8	Acetona y cúter	30'	Se pela la mitad. Embutido N9.
A2.1	Disolvente X y cúter	30'	No se reblandece.
A2.2	Disolvente X y cúter	30'	No se reblandece.
A3.1	H ₂ SO ₄	1h 15'	Elimina ambas capas. Muy frágil y demasiada longitud pulida.
A3.2	H ₂ SO ₄	1h 15'	Elimina ambas capas. Muy frágil y demasiada longitud pulida. Rota.
A4.1	Decapante de calor a 600°C	30''	Elimina sólo una capa. Es menos frágil. Embutido N13.1.
A4.2	Decapante de calor a 600°C	30''	Elimina sólo una capa. Es menos frágil. Embutido N13.2.
A5.1	Decapante de calor a 600°C	30''	Elimina sólo una capa. Es menos frágil. Embutido N14.1.
A5.2	Decapante de calor a 600°C	30''	Elimina sólo una capa. Es menos frágil. Embutido N14.2.
A6.1	Decapante de calor a 600°C	30''	Elimina sólo una capa. Es menos frágil. Embutido N15.1.
A6.2	Decapante de calor a 600°C	30''	Elimina sólo una capa. Es menos frágil. Embutido N15.2.
A7.1	Decapante de calor a 600°C	30''	Elimina sólo una capa. Es menos frágil. Embutido N16.1.
A7.2	Decapante de calor a 600°C	30''	Elimina sólo una capa. Es menos frágil. Embutido N16.2.


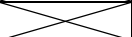
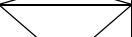

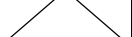
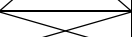
(1) SMF: Fibra óptica monomodo

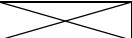
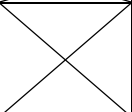
(2) 2/1: Proporción H₂SO₄/H₂O₂ en la solución piraña.

(3) Las muestras con esta numeración indican que están realizadas a la vez.

→ Embutido de la fibra y pulido:

Muestra	Fibra	Molde 1	Molde 2	Tiempo pulido	Observaciones
N1.1	MMF pelada mitad	Epothin ⁽⁴⁾	Epothin		No sale bien la muestra.
N1.2	MMF pelada	Epothin	Epothin		No sale bien la muestra.
N2.1	SMF sin pelar	Epothin	Epothin		Queda la fibra demasiado dentro de la resina.
N2.2	SMF sin pelar	Epothin	Epothin		Fibra demasiado curvada.
N2.3	SMF sin pelar	Epothin	Epothin		Pase no lisa, el pulido no será uniforme.

N3.1	SMF pelar	sin	Epothin	Varidur 3000 ⁽⁵⁾		La fibra sigue sin estar a la vista.
N3.2	SMF pelar	sin	Epothin	Varidur 3000		No se ve la fibra.
N3.3	SMF pelar	sin	Epothin	Varidur 3000		No se ve la fibra.
N4	SMF pelar	sin	Varidur 3000	Varidur 3000		Se utiliza un cartón para presionar la fibra y que quede al aire. La fibra ya se ve pero el cartón también con lo que molesta para pulir.
N5 ⁽⁶⁾	SMF pelar	sin	Epothin	Varidur 3000	310'	Cuesta 210' en empezar a ver la fibra. Se rompe tras pulir la fibra en sí otros 100'
N6	A1.4		Epothin	Varidur 3000	200'	Tras 100' parece que ya se estaba puliendo la fibra, pero era un efecto óptico. Empieza a pulirse después, y tras otros 100' se rompe.
N7	A1.3		Epothin	Varidur 3000	20'	En sólo 20' se ha roto. Habrá que presionar menos.
N8	A1.7		Epothin muy líquida	Varidur 3000 Muy líquida	35'	Tras 35' se ha roto. Presionar menos cuando se empieza a ensanchar mucho la zona pulida.
N9	A1.8		Epothin muy líquida	Varidur 3000 Muy líquida	150'	Se rompe y no se había pulido nada, sólo se había llegado a la fibra. La muestra A1.8 había quedado girada, con lo que no estaba la fibra al aire.
N10	SMF pelar	sin	Epothin muy líquida	Varidur 3000 Muy líquida	325'	Pulido suave. Se rompe cuando la zona pulida tenía una anchura de 107.20 µm.
N11	SMF pelar	sin	Epothin más sólida	Epothin	400'	No se ha llegado a la fibra. No es viable realizar el pulido sin pelar la fibra.
N12	SMF pelar	sin	Epothin más sólida	Epothin más sólida	25'	Se abandona el pulido porque no se viable pulir sin pelar la fibra.
N13.1	A4.1			Epothin	15'	Demasiada presión. Se rompe.
N13.2	A4.2			Epothin	20'	Se rompe.
N14.1	A5.1			Epothin	90'	Se rompe, utilizando desde el principio la solución de diamante de 3 µm.
N14.2	A5.2			Epothin	15'	Desaparece parte de la fibra.
N15.1	A6.1			Epothin	155'	No se llega a la fibra.
N15.2	A6.2			Epothin	140'	Sólo se ve la fibra, no se pule.

N16.1	A7.1		Epothin	110'	Se rompe.
N16.2	A7.2		Epothin		No se pule porque se reciben las muestras de Phoenix Photonics.

- (4) La duración de curado de la resina EpoThin es siempre de 9h.
- (5) La duración de curado de la resina Varidur 3000 es siempre de 20'.
- (6) A partir de aquí todas las muestras se fijan con celo para que al solidificar la resina sigan estando al aire y puedan pulirse.

ANEXO II

En el ANEXO II se explica el funcionamiento del detector RIFOCS 575L.

El detector RIFOCS 575L posee un único fotodiodo de InGaAs calibrado a cuatro longitudes de onda, 780nm, 850nm, 1300nm y 1550nm. En este ANEXO se explica el cómo se realiza esta calibración.

La Figura A1 muestra la respuesta del fotodiodo de InGaAs.

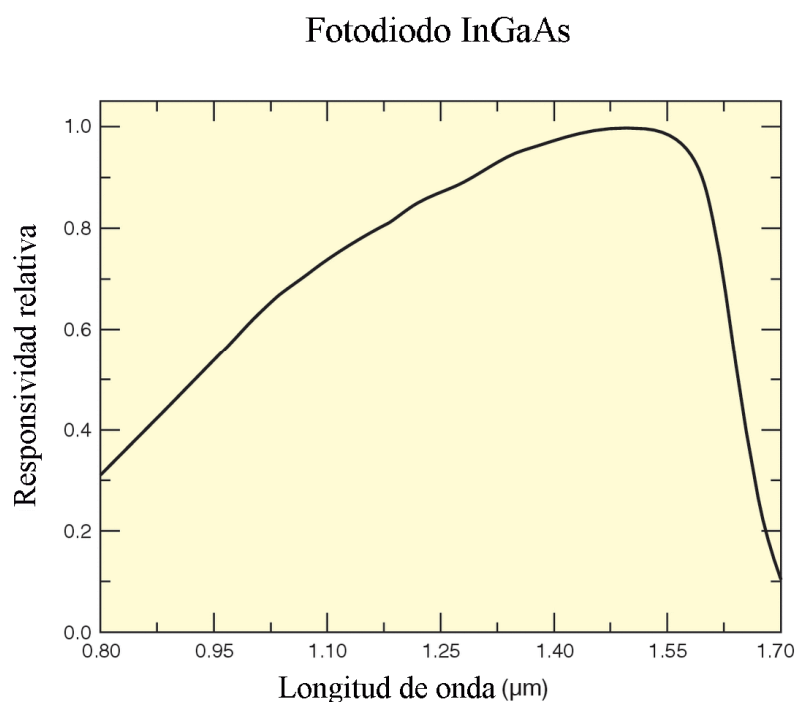


Figura A1. Respuesta espectral del fotodiodo de InGaAs.

Para comprobar que se puede obtener valores correctos de ganancia con cualquiera de las opciones se lleva a cabo la obtención de datos en las cuatro posibilidades de detección para cada una de las tres longitudes de onda de emisión de emisor RIFOCS.

En las Figuras A2 se observa primero la potencia obtenida para cada valor de calibración, la cuál sólo será correcta en el caso de emitir en 1300 nm y 1550 nm detectando a 1300 nm y 1550 nm respectivamente.

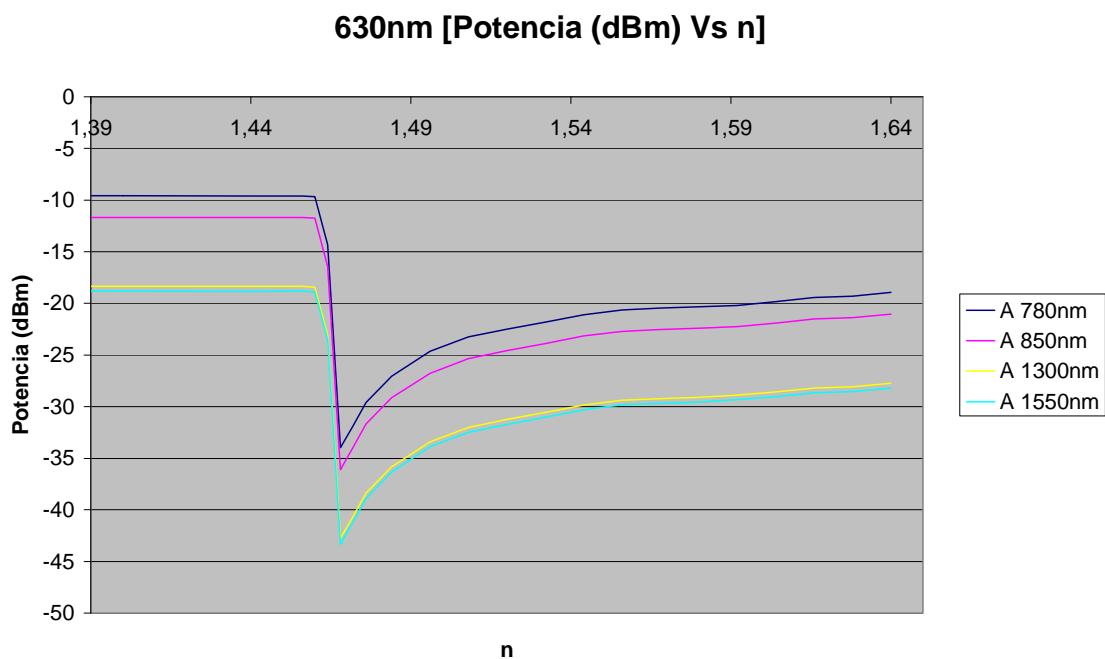


Figura A2. a) Variación de la potencia frente al índice de refracción a 630nm, medido a diferentes valores de detección.

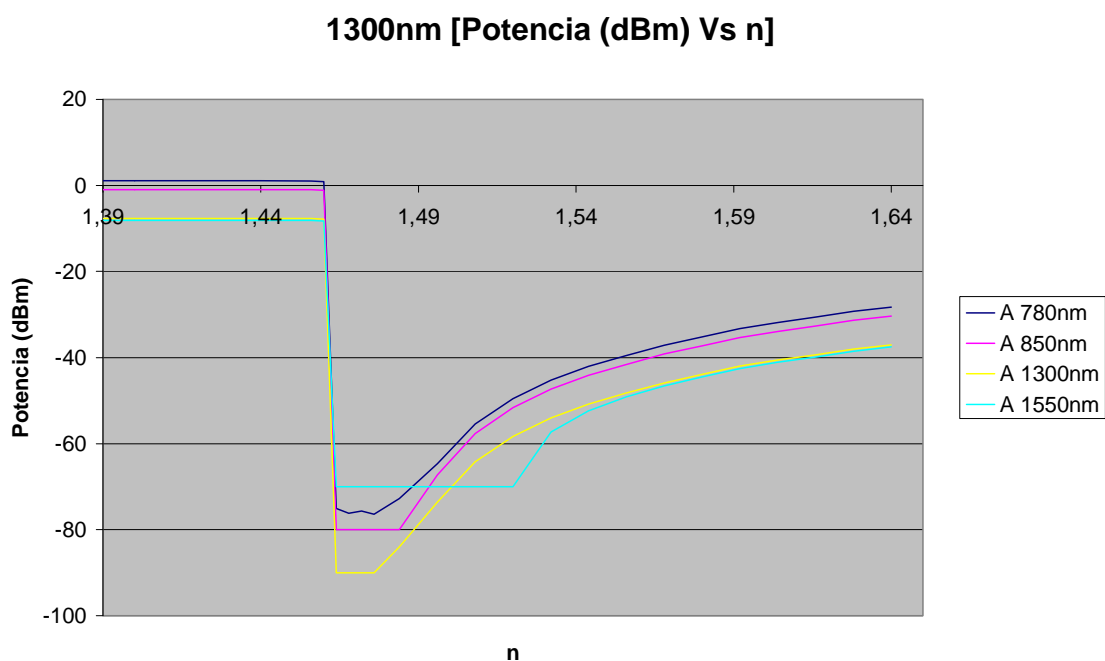


Figura A2. b) Variación de la potencia frente al índice de refracción a 1300nm, medido a diferentes valores de detección.

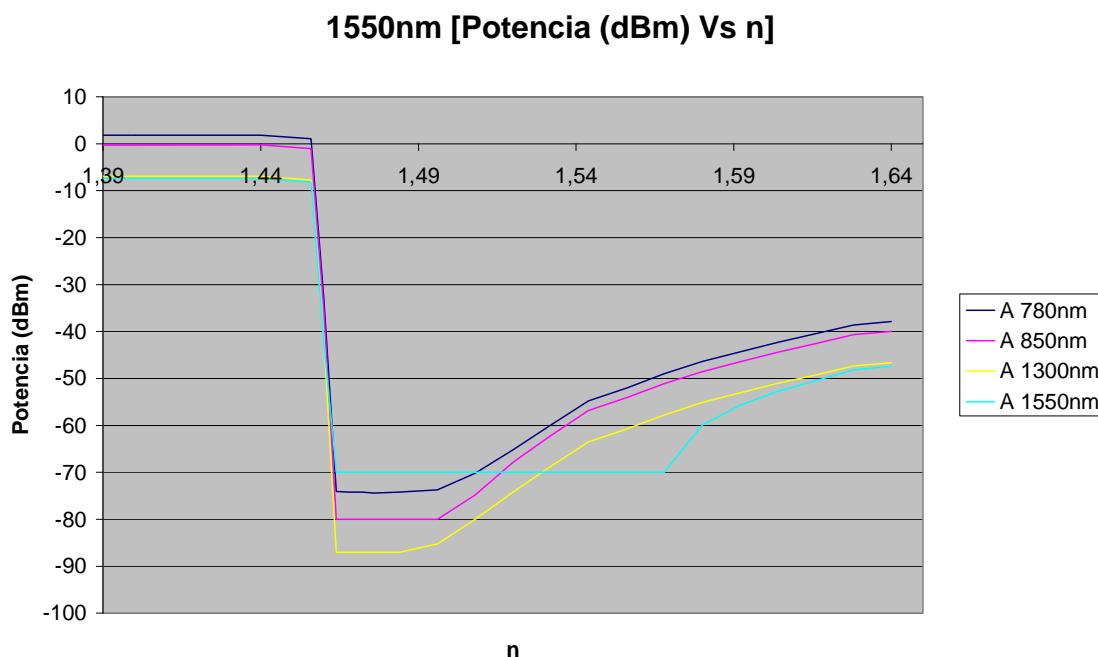


Figura A2. c) Variación de la potencia frente al índice de refracción a 1550nm, medido a diferentes valores de detección.

Lo primero que se observa es que los detectores tienen un punto de saturación a determinadas potencias, siendo de -75dBm a 780nm, -80dBm a 850nm, -90dBm a 1300nm y -70dBm a 1550nm.

Las únicas gráficas con valores correctos de potencia serán entonces la Figura A2 b) a 1300nm y la Figura A2 c) a 1550nm.

Las demás gráficas no contienen valores verdaderos de potencia, pero lo que interesa es la ganancia (o pérdidas) producidas por la variación del índice de refracción.

Se realiza entonces las gráficas con las diferentes ganancias en las figuras anteriores, tomando como valor inicial la medida sin ningún tipo de aceite, con los mismos cuatro valores del detector.

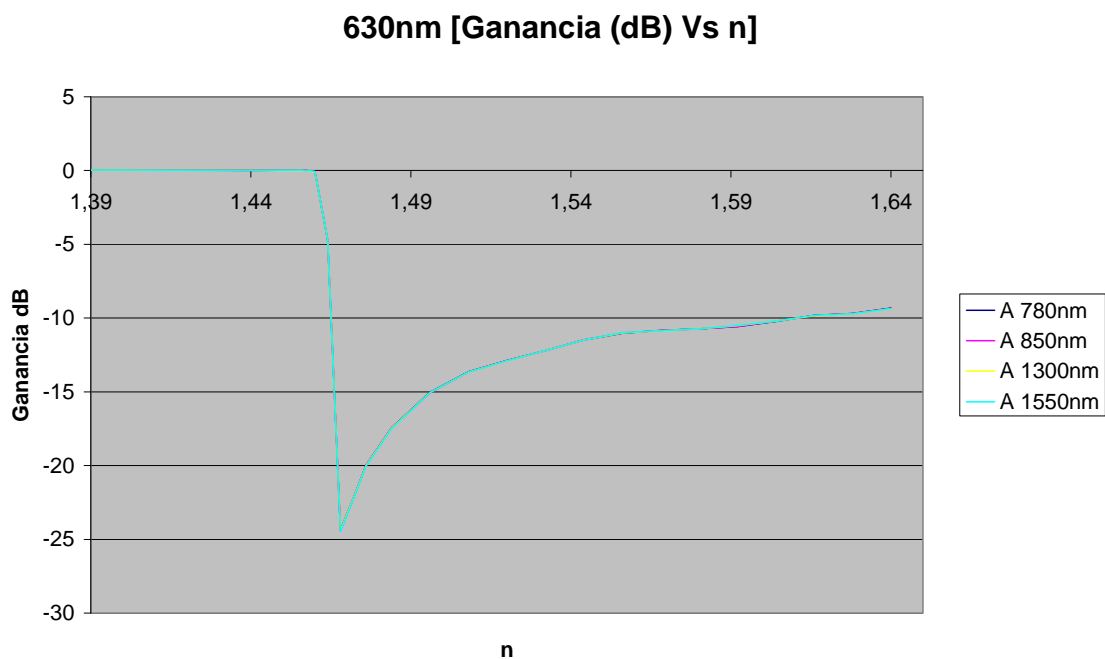


Figura A3. a) Variación de la ganancia frente al índice de refracción a 630nm, medido a diferentes valores de detección.

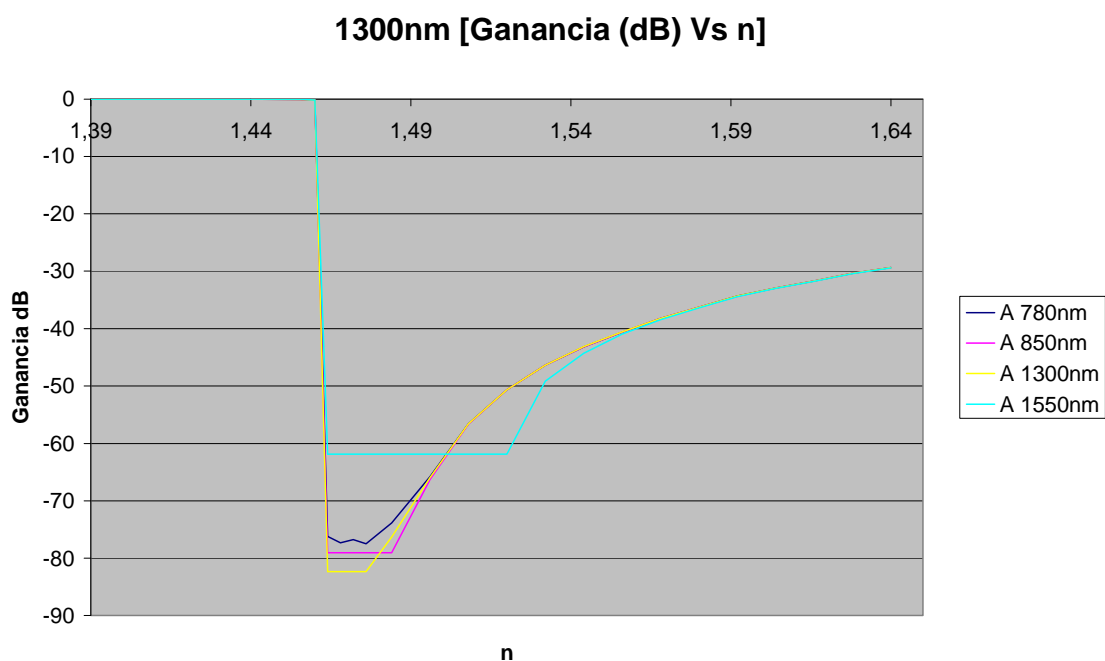


Figura 29. b) Variación de la ganancia frente al índice de refracción a 1300nm, medido a diferentes valores de detección.

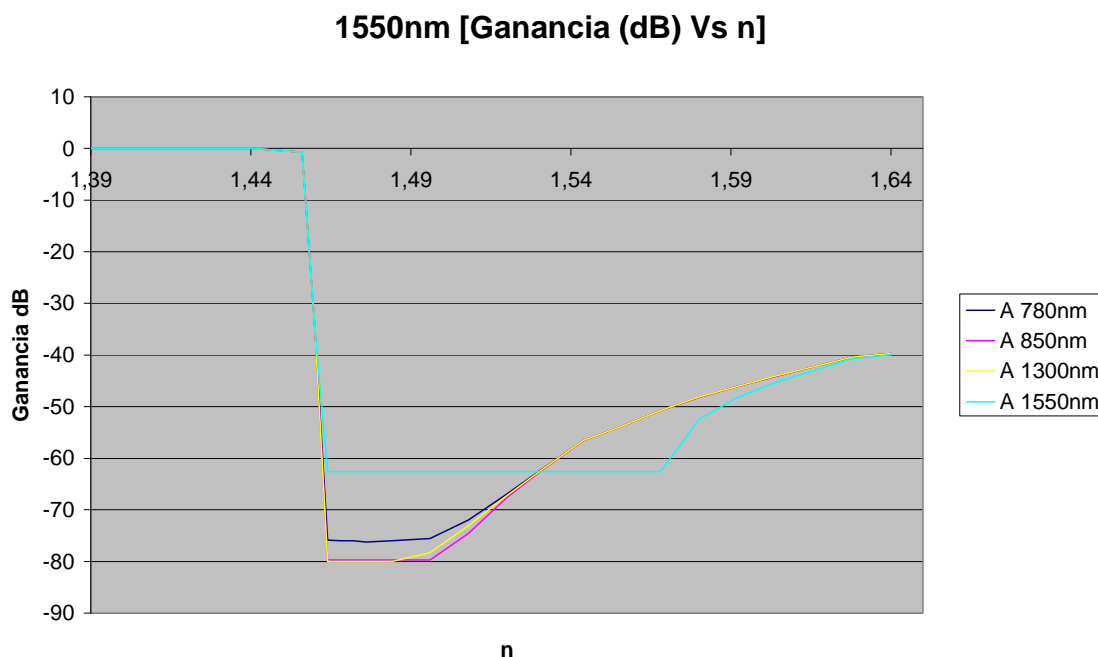


Figura 30. c) Variación de la ganancia frente al índice de refracción a 1550nm, medido a diferentes valores de detección.

Se puede ver con estas gráficas, que lo único que realiza el detector en cada valor de calibración es obtener la potencia total de entrada y ponderarla según la gráfica del fotodetector de InGaAs en el que se basa, como se ha visto en la Figura A1 para obtener la potencia correcta. En este caso, al realizar el estudio de la ganancia frente a la variación del índice de refracción, no interesa esa potencia, por lo que se puede utilizar cualquiera de los valores de detección, de forma que, al bajar tanto la potencia, se evite que se saturen y no muestren valores correctos.

En las Figuras A3 b) y c) destaca que cerca del punto de saturación los valores dejan de ser correctos, ya que el detector los considera nulos, por lo que, teniendo en cuenta que el detector a 1300nm es el que se satura a un valor más bajo (-90dBm), será el idóneo para el estudio de la ganancia (o pérdidas) resultantes de la variación del índice de refracción sobre la fibra pulida.